

Betriebsanleitung

Sartorius WDS 400

Coulometer zur Wassergehaltsbestimmung

98646-002-12

Verwendungszweck

Das Coulometer WDS 400 dient zur quantitativen Bestimmung des Wassergehaltes in Feststoffen nach dem kombinierten Verfahren von Thermoanalyse und Coulometrie. Die Nachweisgrenze liegt dabei im ppm-Bereich, die erforderlichen Probenmengen betragen abhängig vom erwarteten Wassergehalt zwischen 2 mg und 2000 mg.

Das Coulometer WDS 400 zeichnet sich durch folgende Eigenschaften aus:

– Trocknung „wie im Trockenschrank“, d.h. ohne Verwendung toxischer, entsorgungspflichtiger Chemikalien wie bei der Methode der Karl-Fischer-Titration. Dadurch keine Probleme mit der Be- und Entsorgung besonderer Nachweissubstanzen sowie einem evtl. notwendigen nasschemischem Aufschluss der Probensubstanz.

– Hohe Messempfindlichkeit (Wassergehalt der Proben von 15% bis in den ppm-Bereich).

– Schnelle und gleichmäßige Erwärmung der Probe von Raumtemperatur bis max. 400°C. durch elektrisch beheizten Ofen.

– Programmierbare Vorgabe des Temperaturprofils für die Aufheizung der Probe ermöglicht die Trennung der einzelnen Wasseranteile in der Probe (Oberflächenwasser, Kapillarwasser, Kristallwasser) durch fraktioniertes Austreiben des Wassers.

– Speicherung von Temperaturprofilen für die Messung gleichartiger Proben (z.B. Routinemessungen für die Qualitätskontrolle im Warenein- und -ausgang).

– Hohe Flexibilität bei der Messung unterschiedlicher Proben durch Speicherung und Laden zugehöriger Temperaturprofile. Entwicklung optimierter Temperaturprofile durch Versuchsreihen mit gleichartigen Proben.

– Speicherung und Wiedereinlesen von Messungen für spätere Auswertung.

– Ausdrucken von Messungen für ISO/GLP-konforme Protokollierung. Zusätzlich zu den Messdaten werden Sensorstrom und Temperaturprofil dargestellt.

– Kompensation der Messergebnisse um den Einfluss der Raumfeuchte („Taramessung“).

– Kalibrierung des Coulometers mittels mitgeliefertem Kalibrierstandard Na_2WO_4.

– Der Zugang zur Mess- und Auswertesoftware kann durch Passwort geschützt werden.

– Einfache Reinigung der Probenschiffchen (Material: Nickel).

Das Coulometer WDS 400 eignet sich hervorragend als Prüfmittel in der Entwicklung, Qualitätskontrolle, Produktionskontrolle und Wareneingangskontrolle.

Zeichenerklärung
Folgende Symbole werden in dieser Anleitung verwendet:

● steht vor Handlungsanweisungen

○ steht vor Handlungsanweisungen, die nur unter bestimmten Voraussetzungen ausgeführt werden sollen

> beschreibt das, was nach einer ausgeführten Handlung geschieht

– steht vor einem Aufzählungspunkt

⚠ weist auf eine Gefahr hin

Hinweis:
Bildschirmdarstellungen ähnlich wie aktuelle Version. Änderungen vorbehalten.

Anwendungsberatung
Telefon: 0551.308.3160
Fax: 0551.308.3495

Inhalt

Warn- und Sicherheitshinweise

Das Gerät entspricht den Richtlinien und Normen für elektrische Betriebsmittel, elektromagnetische Verträglichkeit und den vorgeschriebenen Sicherheitsbestimmungen. Ein unsachgemäßer Gebrauch kann jedoch zu Schäden an Personen und Sachen führen.

Die Betriebsanleitung aufmerksam durchlesen, bevor das Gerät in Betrieb genommen wird. Dadurch werden Schäden am Gerät vermieden. Die Betriebsanleitung sorgfältig aufbewahren.

Folgende Hinweise für einen sicheren und problemlosen Betrieb des Gerätes beachten:

⚠ Gerät ausschließlich für Ermittlung des Wassergehaltes von Proben verwenden. Jede nicht-bestimmungsgemäße Verwendung kann zur Gefährdung von Personen und zur Beschädigung des Gerätes oder anderer Sachwerte führen.

⚠ Bei Verwendung elektrischer Betriebsmittel in Anlagen und Umgebungsbedingungen mit erhöhten Sicherheitsanforderungen sind die Auflagen gemäß den zutreffenden Errichtungsbestimmungen zu beachten.

⚠ Nicht in explosionsgefährdeten Bereichen einsetzen und nur unter den in dieser Anleitung aufgeführten Umgebungsbedingungen betreiben.

– Voraussetzung für die Bedienung des Gerätes ist eine Fachausbildung aus dem Bereich der Labortechnik (z.B. CTA). Der Anwender muss mit den Eigenschaften der verwendeten Probe vertraut sein.

⚠ Das Gerät darf ausschließlich nur an Spannungsversorgungsnetzen betrieben werden, die mit einem Schutzleiter ausgerüstet sind. Die Netzspannung muss 230 V, 50 Hz betragen (siehe Kapitel »Inbetriebnahme«, Abschnitt »Netzanschluss herstellen«).

– Gerät wird mit einem Netzkabel mit Schutzleiter ausgeliefert.

– Nur Verlängerungskabel verwenden, die den Normen entsprechen und ebenfalls einen Schutzleiter besitzen.

– Eine Unterbrechung des Schutzleiters ist untersagt!

– Gerät nicht an eine Mehrfachsteckdose oder Kabeltrommel anschließen, es besteht Überlastungsgefahr!

– Zubehör und Optionen von Sartorius verwenden, diese sind optimal an das Gerät angepasst.

– Installationshinweis:
Modifikationen der Geräte sowie der Anschluss von nicht von Sartorius gelieferten Kabeln oder Geräten unterliegen der Verantwortung des Betreibers und sind von diesem entsprechend zu prüfen und falls erforderlich zu korrigieren. Sartorius stellt auf Anfrage Angaben zur Betriebsqualität zur Verfügung (gemäß den o.g. Normen zur Störfestigkeit).

– Gerät vor Nässe schützen

– Weisen Gerät oder Netzkabel sichtbare Beschädigungen auf: Gerät von der Spannungsversorgung trennen und vor weiterer Benutzung sichern.

⚠ Keine Gegenstände durch die Lüftungsschlitze oder andere Gehäuseöffnungen stecken.

⚠ Falls Flüssigkeit in das Gerät gelaufen ist, sofort den Netzstecker ziehen und den Kundendienst benachrichtigen.

– Die Lackierung und Pulverbeschichtung der Gehäuseteile ist nur bedingt chemisch beständig. Der Kontakt mit chemisch aggressiven Medien (z.B. mit Säuren und Lösungsmitteln ist zu vermeiden.

⚠ Gerät nur nach Reinigungshinweis reinigen (siehe Kapitel »Pflege und Wartung«).

⚠ Gehäuse nicht öffnen.

– Gerät verwendet Stickstoff oder nachgetrocknete Druckluft als Trägergas.

⚠ Stickstoff kann den zum Atmen notwendigen Sauerstoff verdrängen. Das gilt insbesondere beim Arbeiten mit Stickstoff in geschlossenen Räumen. Bei einer Sauerstoffkonzentration unter 15% tritt beim Menschen ein Nachlassen der Leistungsfähigkeit ein, Sauerstoffkonzentrationen unter 11% führen innerhalb kurzer Zeit zur Bewusstlosigkeit.

⚠ Falls eine Gasflasche zur Trägergasversorgung verwendet wird:
Auf kippsicheren Stand der Gasflasche achten (s. Kapitel »Inbetriebnahme«).

Falls einmal ein Problem mit dem Gerät auftritt:

○ zuständige Sartorius Kundendienst-Leitstelle befragen



Warnung vor Hitze!

– Gerät ist für den Dauerbetrieb zugelassen.

– Zur Vermeidung von Wärmestau und Überhitzung den Aufstellort so wählen, dass ausreichende Belüftung und genügender Abstand zu allen Seiten (mindestens 40 cm) gewährleistet sind. Die Aufstellunterlage muss eine Temperaturbeständigkeit bis mindestens 60°C besitzen (siehe Aufstellhinweise im Kapitel »Inbetriebnahme«).

– Keine brennbaren Materialien auf, unter oder neben das Gerät legen.

– Der im Gerät eingebaute Rohrofen kann Temperaturen > 400°C annehmen. Daher besondere Vorsicht bei Einführen und Entnahme der Proben. Probenschiffchen nur mit beigefügter Pinzette anfassen. Die Probentemperatur wird durch das Betriebsprogramm angezeigt

Gefährdung von Personen oder Sachwerten bei speziellen Proben:



Brand



Explosion

– Proben nicht über ihre Schmelztemperatur hinaus aufheizen. Verflüchtigung unkontrollierbarer chemischer Verbindungen oder Denaturierung der Probe infolge zu hoher Temperaturen ist unbedingt zu vermeiden. Anderenfalls besteht Gefahr, das Gasdurchflusssystem zu verunreinigen und die Messzelle zu beschädigen. Überhitzte Proben können das Probenschiffchen so stark verschmutzen, dass ein Austausch notwendig wird.

– Der Anwender muss sich darüber informieren, welche Veränderung in der chemischen Zusammensetzung seine Probe bei Temperaturbehandlung erfährt oder welche chemischen Substanzen bei Temperaturbehandlung aus der Probe ausgasen oder flüchtig werden können.



Vergiftung



Verätzung

⚠ Beim Arbeiten mit dem Gerät können giftige und gesundheitsschädliche Gase freigesetzt werden. Gerät deshalb nur mit einem Abluftschlauch betreiben, der an einen Abzug angeschlossen ist oder ins Freie geleitet wird.

⚠ Folgende Substanzen keinesfalls im Gerät verwenden:
– Brennbare oder explosive Substanzen
– Stoffe, die Lösungsmittel enthalten
– Stoffe, die beim Erhitzen brennbare oder explosive Gase oder Dämpfe abgeben

In Zweifelsfällen eine Risikoanalyse durchführen. Haftung und Verantwortung für Schäden liegen beim Anwender.

Der Austritt eines der nachfolgend genannten Gase beim Erhitzen der Probe schränkt die Funktion des WDS 400 ein. Es besteht die Gefahr, dass die Phosphorpentoxid-Messzelle regeneriert werden muss oder sogar irreparabel zerstört werden kann.

Gase, die mit Phosphorpentoxid reagieren:
– basische Gase, z. B. Ammoniak
– chlorhaltige Gase

Gase, die durch Phosphorpentoxid dehydriert werden:
– z.B. Alkohole

Gase, die feste oder flüssige Polymerisationsprodukte bilden können:
– z.B. ungesättigte Kohlenwasserstoffe wie Acetylene, Alkadiene, Alkene (höhere als Propylen)

Gase, die Platin angreifen:
– Fluorwasserstoff

Inbetriebnahme

Das Coulometer WDS 400 besteht aus dem Messgerät, einem Steuer- und Auswerteprogramm und Zubehör.

Das Messgerät enthält die Heiz- und Bedieneinheit, die Phosphorpentoxid-Messzelle sowie die serielle Datenschnittstelle zum Anschluss an den PC, auf dem das mitgelieferte Steuer- und Auswerteprogramm installiert wird. Zum Zubehör gehören unter anderem das Netzanschlusskabel, das Schnittstellenverbindungskabel zum PC, Anschlussteile für die Versorgung und Ableitung des Transportgases (Stickstoff oder Druckluft) und ein Etui mit Ausrüstungsteilen für die Durchführung der Messungen (Probenschiffchen, Pinzette etc.).

Lager- und Transportbedingungen
Zulässige Lagertemperatur:
-10°C ... +50°C.

Vor Inbetriebnahme die Gerätetemperatur an die Umgebungstemperatur in der Schutzfolie anpassen, um Kondensation der Feuchtigkeit am Gerät (Betauung) zu vermeiden.

Das Gerät nicht extremen Temperaturen, Stößen, Vibrationen und Feuchtigkeit aussetzen.

Auspacken

● Das Gerät sofort nach dem Auspacken auf evtl. sichtbare äußere Beschädigungen überprüfen.

○ Im Fall einer Beschädigung:
siehe Kapitel »Pflege und Wartung«, Abschnitt »Sicherheitsüberprüfung«.

Alle Teile der Verpackung für einen eventuell notwendigen Versand aufbewahren, denn nur die Originalverpackung gewährleistet sicheren Transport.

Vor dem Versand alle angeschlossenen Kabel trennen, um unnötige Beschädigungen zu vermeiden. Den Gasanschluss mit dem dafür vorgesehen Blindstopfen verschließen.

Hinweis:
Die Tür der Probenkammer immer geschlossen halten und nur kurzzeitig zum Einbringen einer Probe in den Ofen öffnen. Damit wird ein Eindringen von Feuchtigkeit in das System vermieden.

Entsorgung der Verpackung
Für den Transport sind die Sartorius-Produkte durch die Verpackung soweit wie nötig geschützt. Die Verpackung besteht durchweg aus umweltverträglichen Materialien, die als wertvolle Sekundär-Rohstoffe der örtlichen Müllentsorgung zugeführt werden sollten.

Lieferumfang
Folgende Einzelteile werden mitgeliefert:

– Messgerät WDS 400

– Netzkabel

– Schnittstellenverbindungskabel zum Anschluss an PC (9-pol. D-Sub-Stecker an 9-pol. D-Sub-Buchse)

– CD mit Steuer- und Auswerteprogramm

– Abluftschlauch für WDS 400, Kunststoff, 3m

– Gasflaschenadapter für 1/8”

– Gasanschlussrohr, ausziehbar, ca. 2 m

– Regenerationskit

– Zubehöretui mit folgendem Inhalt:
5 Stück Probenschiffchen
1 Stück Pinzette
2 Stück Teflonfiltereinsatz
1 Stück Probenspatel
1 Stück Haarpinsel
1 Stück Kalibrierstandard, 20 g in einem 50 ml Fläschchen Substanz: Na_2WO_4 (Natriumwolframat)

Weitere zum Betrieb des Coulometers WDS 400 erforderliche Geräte, die nicht Bestand des Lieferumfangs sind:

– Waage zur genauen Bestimmung der Probenmenge.

Die folgende Tabelle liefert den Zusammenhang zwischen dem erwarteten Wassergehalt der Probensubstanz, der zugehörigen optimalen Probeneinwaage und der dafür erforderlichen Genauigkeit der Bestimmung der Probenmasse (Genauigkeit der Waage):

Wasser-gehalt %	Optimale Einwaage mg	Genauigkeit der Waage mg
10	2	0,01
1	20	0,1
0,1	200	1
0,01	2000	10

Allgemein sollte der relative Fehler der Probenmasse weniger als 0,2 % betragen. Weitere Hinweise dazu enthält der Abschnitt »Probenmessung« im Kapitel »Betrieb«.

– Rechnersystem zur Steuerung des Gerätes und Auswertung der Messungen: Windows® NT, 2000, XP - kompatibler PC mit min. 1 freie RS232-Schnittstelle.

Windows NT, Windows 2000 und Windows XP sind eingetragene Warenzeichen von Microsoft Inc.

– Trägergas:
Stickstoff oder Argon der Güteklassen 4.0 / 5.0 mit einstellbarem Druckminderer bis mindestens 1 bar und Feinmanometer oder getrocknete Luft mit einem Taupunkt < -70°C. Bei Anschluss an eine Hausversorgung Staubfilter (≤ 5 µm) vorschalten.

⚠ **Hinweis:**
Bei Arbeiten mit verdichtetem Stickstoff in Gasflaschen die geltenden Vorschriften und Gefahrenhinweise beachten (siehe dazu das Kapitel »Warn- und Sicherheitshinweise«).

– Empfohlenes Werkzeug zur Inbetriebnahme:
Maulschlüssel 30/32, 12/13, 10/11, Ringschlüssel 20/22

Aufstellhinweise

Das Gerät ist so konstruiert, dass unter den im Labor und Betrieb üblichen Einsatzbedingungen zuverlässige Ergebnisse erzielt werden. Die folgenden Anforderungen müssen erfüllt sein:

– Aufstellort so wählen, dass neben dem Gerät die Waage zum Einwägen der Probenmasse platziert werden kann. Der Aufstellort des Gerätes muss deshalb auch die Aufstellbedingungen für die Waage erfüllen (siehe dazu die Aufstell- und Betriebsanleitung der Waage).

– Aufstellort so wählen, dass der zur Steuerung des Gerätes und Auswertungen der Messungen erforderliche PC in hinreichender Nähe zum Gerät platziert werden kann.

– Der Aufstellort muss die Versorgung mit dem zum Betrieb benötigten Trägergas (Stickstoff, Argon oder Druckluft) ermöglichen.

– Der Aufstellort muss die gefahrlose Entsorgung des aus dem Gerät ausgeleiteten Trägergases ermöglichen (z.B. Platzierung in der Nähe eines Abzugs).

– Gerät auf eine stabile, erschütterungsarme, gerade Fläche stellen.

– Gerät erzeugt bei seinem Einsatz Wärme. Die Aufstellfläche muss deshalb bis 60°C temperaturbeständig sein. Genügend Freiraum rund um das Gerät lassen (mind. 40 cm an allen Seiten). Genügend Abstand halten zu wärmeempfindlichen Materialien in der Umgebung des Gerätes.

– Extreme Wärme durch Aufstellen neben der Heizung oder direkte Sonneneinstrahlung vermeiden.

– Gerät vor direktem Luftzug schützen (geöffnete Fenster und Türen).

– Für staubfreie und trockene Umgebung sorgen.

– Gerät vor aggressiven chemischen Dämpfen schützen.

⚠ Bei Trägergasversorgung durch Gasflasche, diese standsicher platzieren.

Gerät akklimatisieren

Eine Betauung kann auftreten (Kondensation von Luftfeuchtigkeit am Gerät), wenn ein kaltes Gerät in eine wesentlich wärmere Umgebung gebracht wird. Das vom Netz getrennte Gerät ca. 2 Stunden bei Raumtemperatur akklimatisieren. Nach dem Anschluss an das Netz das Gerät ständig am Netz lassen. Durch die dauernde positive Temperaturdifferenz zwischen Geräteinnenraum und Umgebung ist dann ein Feuchteeinfluss nahezu auszuschließen.

Gerät aufstellen

● Gerät auspacken und am vorgesehenen Aufstellort aufstellen.

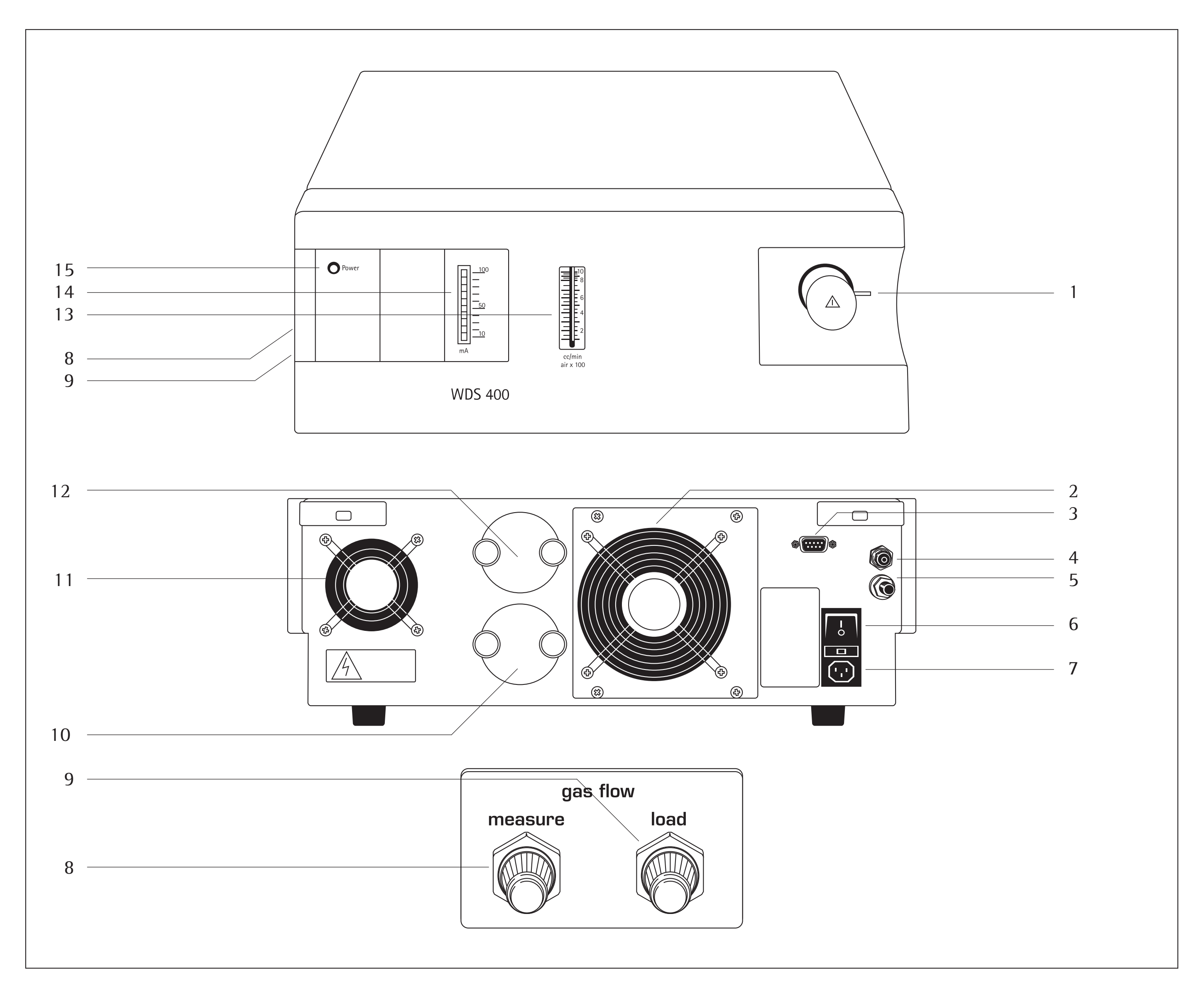
● Gerät an die Gasversorgung für das Trägergas anschließen (Gasflasche oder Hausversorgung) und die Ableitung des Trägergases aus dem Gerät sicherstellen (z.B. Schlauchleitung zum Abzug).

● Serielle Schnittstelle des Gerätes mit dem PC verbinden.

● Gerät mit Netzspannung versorgen

Weitere Einzelheiten sind in den entsprechenden Abschnitten auf den folgenden Seiten beschrieben.

Gerätedarstellung



Pos.	Bezeichnung
1	Probenraum (Ofen)
2	Lüfter für Geräteelektronik
3	RS232-Schnittstelle zum Anschluss des PCs (9-pol. D-Sub-Buchse)
4	Gasauslass zum Anschluss des Abluftschlauches
5	Gaseinlass zum Anschluss des ausziehbaren Gasanschlussrohres (mit Blindstopfen verschlossen)
6	Netzschalter
7	Kaltgeräte-Netzanschlussbuchse mit integrierter Sicherung
8	Linke Geräteseite: Feinregelventil für Gasfluss bei geöffneter Ofentür
9	Linke Geräteseite: Feinregelventil für Gasfluss während der Messung

Pos.	Bezeichnung
10	Messzelle mit P_2O_5-Feuchtesensor
11	Lüfter für Ofen
12	Teflonfilter
13	Gasdurchflussanzeige
14	Sensorstromanzeige (10-stufiges LED-Leuchtband)
15	Netzspannungsanzeige



Zubehöretui

Pos.	Bezeichnung
16	Probenspatel
17	Pinzette
18	Haarpinsel
19	Teflonfiltereinsatz (2 Stück)
20	Probenschiffchen (5 Stück)
21	Kalibrierstandard: Natriumwolframat, 20 g

Bedienelemente und Anzeigen

Frontseite:

– Probenraum (1).
Der Probenraum (Ofen) dient zur Aufnahme des Probenschiffchens. Die Tür besitzt eine Verschlussklinke, um den Probenraum gasdicht zu verschließen. Die Tür immer geschlossen halten, um Eindringen von Feuchtigkeit in den Probenraum zu verhindern und nur zum Einbringen einer Probe kurzzeitig öffnen.
– Netzspannungsanzeige (15).
Die grüne LED leuchtet bei eingeschalteter Netzspannungsversorgung.
– Sensorstromanzeige (14).
Der aktuell durch den P_2O_5-Feuchtesensor fließende Strom (in mA) wird durch ein 10-stufiges LED-Leuchtband angezeigt. Jede leuchtende LED repräsentiert einen Strom von 10 mA.
– Gasdurchflussanzeige (13).
Die Anzeige zeigt mittels einer beweglichen Kugel den aktuellen Trägergasstrom (in ml/min). Sie dient zur Regulierung des Gasstroms mit Hilfe der Feinregelventile (8) und (9) an der linken Geräteseite. Der auf der Skala angezeigte Wert ist mit 100 zu multiplizieren.

Linke Seite:

– Feinregelventile für den Gasdurchfluss (8) und (9).
Mit Hilfe dieser Ventile den Gasdurchfluss des Trägergases einstellen. Das Ventil »load« regelt den Gasdurchfluss (Gasgegenstrom) bei geöffneter Probenraumtür. Damit wird ein Eindringen von Feuchtigkeit in den Probenraum weitgehend verhindert. Das Ventil »measure« regelt den Trägergasstrom des Trägergases bei geschlossener Ofentür (Ruhezustand und laufende Messung). Das Umschalten vom Gasstrom »measure« auf den Gasstrom »load« erfolgt automatisch beim Öffnen und Schließen der Probenraumtür. Der aktuelle Gasstrom wird am Gasdurchflussmesser (13) angezeigt.

Rückseite:

– Netzschalter (6).
Der Netzschalter dient zum Ein- und Ausschalten der Spannungsversorgung des Gerätes.
– Netzanschlussbuchse (7).
Sie dient zum Anschluss des Netzkabels an die Netzspannungsversorgung. Direkt über der Netzspannungsbuchse befindet sich die Feinsicherung.

⚠ Das Gerät nur an Wechselspannungsnetzen mit 230 V, 50 Hz betreiben.

– Gaseinlass (5).
Hier wird das ausziehbare Gasanschlussrohr (mitgeliefertes Zubehör) zur Versorgung mit Trägergas angeschlossen. Der Gaseinlass ist mit einem Blindstopfen verschlossen um die Leitungen im Geräteinneren sauber zu halten. Den Blindstopfen aufbewahren und damit den Gaseinlass verschließen, wenn das Gerät nicht an eine Gasversorgung angeschlossen ist (z.B. bei Lagerung und Transport).
– Gasauslass (4).
An diesen Anschluss den Abluftschlauch (mitgeliefertes Zubehör) anschließen, um das Trägergas aus dem Gerät abzuleiten. Zur Vermeidung von Vergiftungen das Trägergas entweder ins Freie oder in einen Abzug ableiten.
– Serielle RS232-Schnittstelle (3).
An die 9-pol. D-Sub-Buchse das mitgelieferte Verbindungskabel zum PC anschließen.
– Messzelle mit Feuchtesensor (10).
Nimmt die Empfindlichkeit des Sensors ab, muss er gereinigt, ggf. auch neu beschichtetet oder ausgetauscht werden. Diese Arbeiten kann der Anwender selbst vornehmen (siehe dazu den Abschnitt »Feuchtesensor reinigen und tauschen« im Kapitel »Pflege und Wartung«).
– Teflonfilter (12).
Er schützt die Messzelle vor Verunreinigung mit Partikeln > 3 µm. Den Filter regelmäßig auf Verschmutzung überprüfen und ggf. reinigen (siehe dazu den Abschnitt »Teflonfilter reinigen und tauschen« im Kapitel »Pflege und Wartung«).

Verbindung zum PC herstellen

● Das Gerät mit Hilfe des mitgelieferten Schnittstellenverbindungskabels mit dem PC verbinden. Die zugehörige 9-pol. D-Sub-Buchse (3) befindet sich an der Geräterückseite. Am PC wird das Verbindungskabel an die nächste freie RS-232-Schnittstelle angeschlossen (z.B. an COM1). Falls dieser anstelle eines 9-pol. D-Sub-Steckers eine 25-pol. Steckverbindung besitzt, einen entsprechenden Adapter verwenden (nicht im Lieferumfang enthalten).

Anschluss von elektronischen Komponenten (Peripherie)

Vor Anschluss oder Trennen der Verbindung zum PC (RS-232-Schnittstelle) das Gerät unbedingt vom Netz trennen.

Netzanschluss herstellen

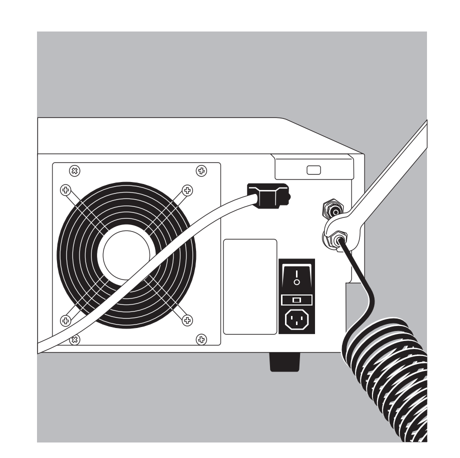
● Netzspannung auf richtigen Wert (230 V, 50 Hz) überprüfen.

⚠ Wenn nicht überstimmt das Gerät nicht in Betrieb nehmen.

Verwenden Sie nur
- Original-Netzkabel
- vom Fachmann zugelassene Netzkabel
- Falls die Länge des mitgelieferten Netzkabels nicht ausreicht: Ausschließlich ein Verlängerungskabel mit Schutzleiter verwenden.

● Elektronisches Gerät der Schutzklasse 1 mit Netzspannung versorgen: Stecker des Netzkabels an eine vorschriftsmäßig installierte Steckdose mit Schutzleiteranschluss (PE) anschließen.

Schutzmaßnahmen
Bei Spannungsversorgung aus Netzen ohne Schutzleiter ist von einem Fachmann ein gleichwertiger Schutz entsprechend den gültigen Installationsvorschriften herzustellen. Die Schutzwirkung darf nicht durch eine Verlängerung ohne Schutzleiter aufgehoben werden.



Gasanschluss herstellen

● Das Gerät mit der Trägergasversorgung (z.B Stickstoffflasche, Qualitätsklasse 4.0 / 5.0) verbinden.

⚠ Bei Verwendung einer Gasflasche: auf sicheren Stand achten.
- Blindstopfen vom Gaszuleitungsanschluss an der Geräterückseite entfernen und für evtl. späteres Wiederverschließen aufbewahren.
- Mitgeliefertes ausziehbares biegsames Gasanschlussrohr aus Edelstahl an den Gaszuleitungsanschluss anschrauben, hierzu Maulschlüssel verwenden.
- Bei Verwendung einer Gasflasche: Mitgeliefertes Gasflaschenadapterstück mit 1/8” Anschlussgewinde verwenden.

Hinweis:
Keine Fittings oder Schläuche aus Kunststoff verwenden. Es besteht die Gefahr, dass Feuchtigkeit durch Diffusion in die Gaszuleitung eindringt.

- Die Überwurfmutter am Edelstahlrohr zunächst handfest anziehen, danach eine weitere Viertelumdrehung mit dem Maulschlüssel.

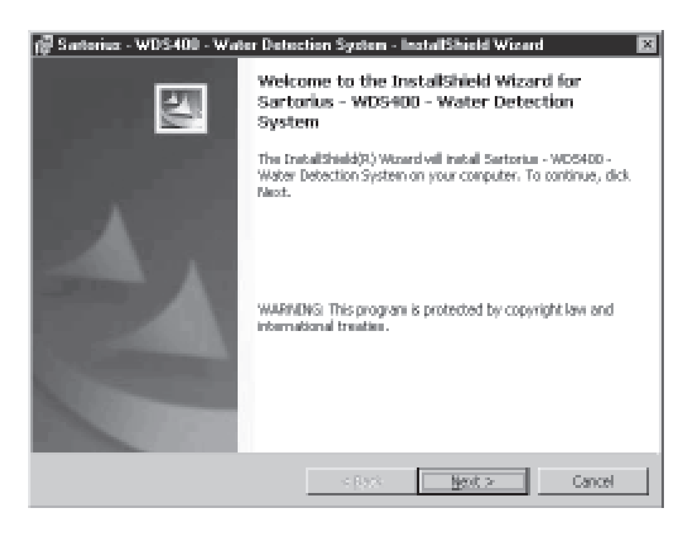
Hinweis:
- Gasdruck in der Gerätezuleitung mittels vorgeschaltetem Feinmanometer und Feinregelventil konstant halten.
- Bei Verwendung einer Gasflasche Druckminderungsventil bis 1 bar in Verbindung mit einem Feinmanometer verwenden.
- Bei Anschluss an eine Hausversorgung Staubfilter (≤ 5 µm) vorschalten.

● Abluftschlauch am Abluftanschlussstutzen anschließen und in einen Abzug oder ins Freie leiten.

⚠ Abluft immer ableiten, da sonst Vergiftungsgefahr durch beim Betrieb des Gerätes evtl. auftretende Zersetzungsprodukte der Probensubstanzen.

Steuer- und Auswerteprogramm installieren

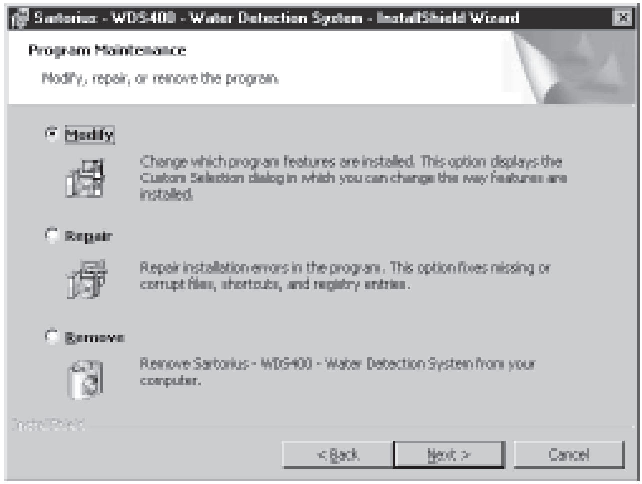
● Alle aktiven Programme schließen und sicherstellen, dass während der Installation keine speicherresidenten Programme im Hintergrund laufen.
● Windows neu starten, um auszuschließen, dass einzelne Komponenten, die für die Installation benötigt werden, von anderen Programmen verwendet werden.
● Falls aktiviert, Virenschutzprogramm deaktivieren.
● CD in das CD-Laufwerk einlegen.
● Schaltflächen „Start" – „Ausführen" anklicken.
● Befehl „d:\setup.exe" eingeben („d" steht hier für das CD-Laufwerk und kann gegebenenfalls auch ein anderer zugeordneter Buchstabe sein) und Eingabe durch Anklicken der Schaltfläche „OK" bestätigen.



> Die Installationsroutine startet.

Hinweis:
Die Installationsroutine und das Steuer- und Auswerteprogramm verwenden ausschließlich die englische Sprache.

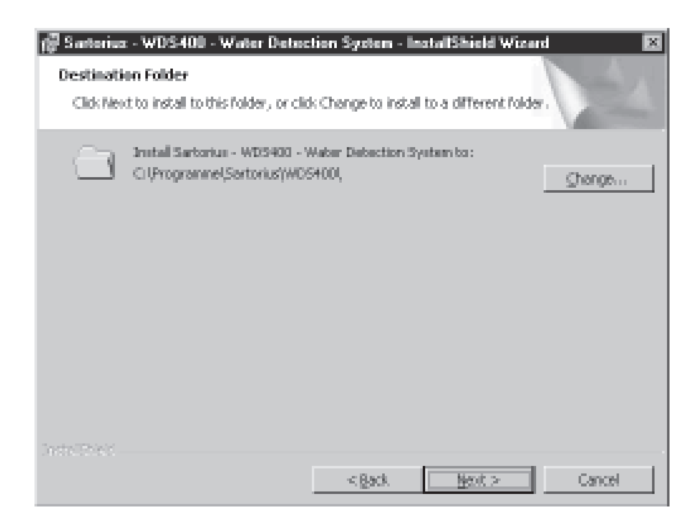
● Installationsroutine fortsetzen: Schaltfläche »Next« anklicken, Abbruch: Schaltfläche »Cancel« anklicken.



Hinweis:
Das Programm prüft, ob es bereits schon einmal installiert wurde. In diesem Fall hat der Benutzer die Möglichkeit, das bereits installierte Programm zu modifizieren („Modify"), Fehler bei der früheren Installation zu beseitigen („Repair") oder das Programm zu deinstallieren („Remove"). Im Falle „Modify" oder „Repair" vorher eine Sicherungskopie anlegen.

○ Entsprechende Option anklicken und Installation durch Anklicken der Schaltfläche »Next« fortsetzen.

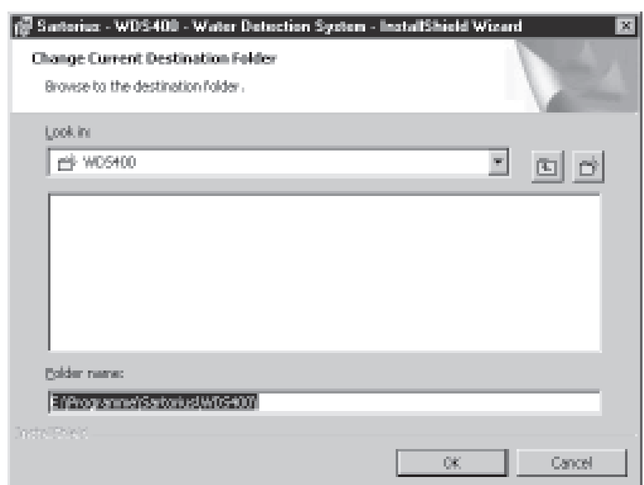
● Alle nachfolgenden Hinweise und Eingabeaufforderungen der Installationsroutine beachten.



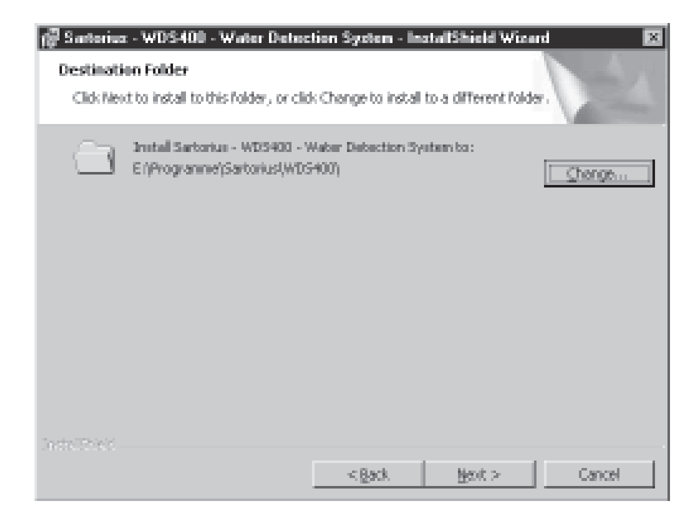
● Ziellaufwerk und -verzeichnis für die Installation auswählen.

○ Um den Pfadnamen zu ändern, die Schaltfläche »Change« anklicken. In diesem Fall wird ein Fenster zur Eingabe des neuen Pfadnamens geöffnet (siehe nächstes Bild).

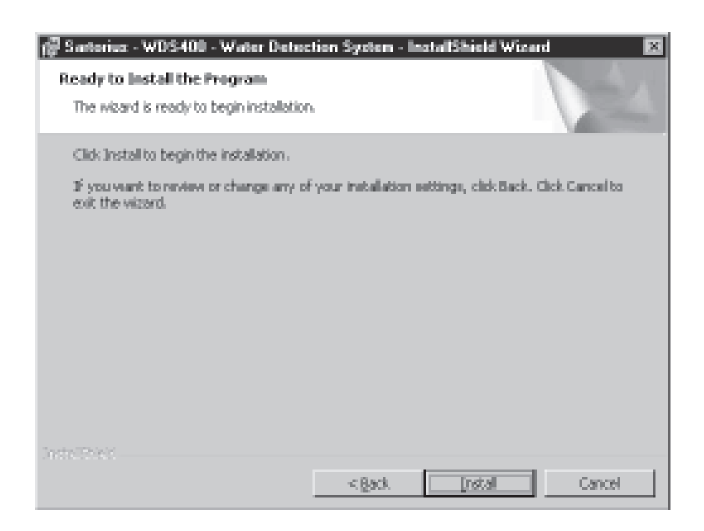
Soll der vom System vorgeschlagene Pfadname verwendet werden, die Schaltfläche »Next« anklicken.



○ Soll das Programm auf einem anderen Laufwerk oder in einem anderen Verzeichnis eingerichtet werden als wie von der Installationsroutine vorgeschlagen, den gewünschten Pfad in die dafür vorgesehene Zeile eintragen.

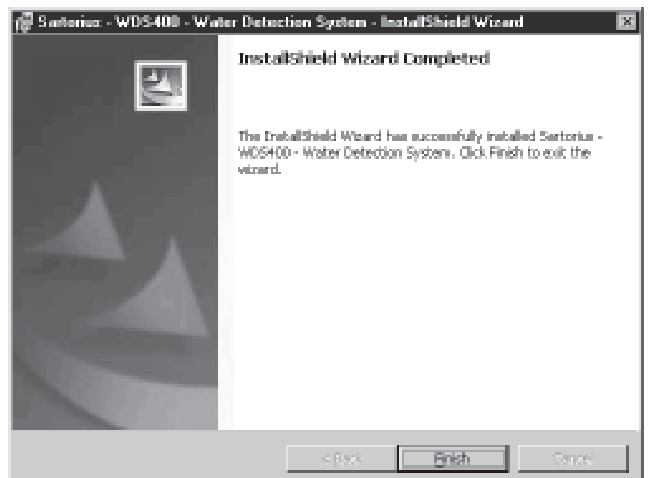


● Gewählten Installationspfad bestätigen: Schaltfläche »Next« anklicken.



● Installationsvorgang starten: Schaltfläche »Install« anklicken, Abbruch: Schaltfläche »Cancel« anklicken.

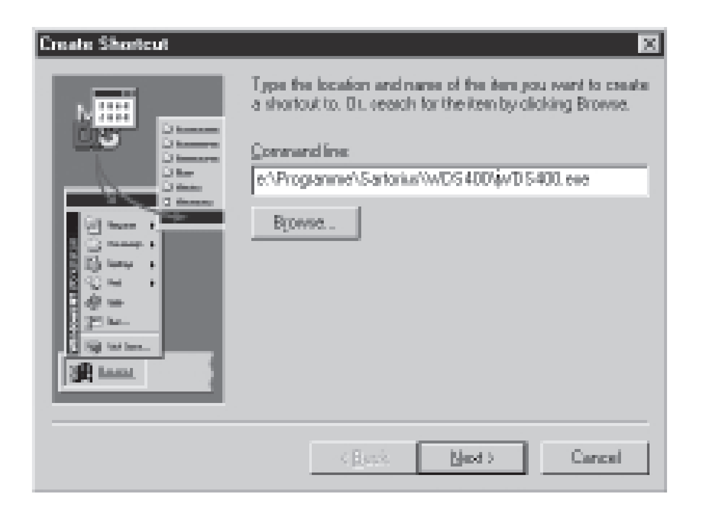
> Die Installationsroutine kopiert alle für die Installation erforderlichen Dateien in das Zielverzeichnis, installiert das Programm entsprechend den Benutzervorgaben und meldet die erfolgreich beendete Installation.



● Abschluss der Installation bestätigen: Schaltfläche »Finish« anklicken.

● Verknüpfung zum Programm „WDS 400“ erstellen:
Mit rechter Maustaste auf den leeren Desktop klicken: »New« - »Shortcut« (»Neu« - »Verknüpfung«).

> Es erscheint das Fenster »Create Shortcut« (»Verknüpfung erstellen«).



● Schaltfläche »Browse« (»Durchsuchen«) anklicken und den Installationspfad für das Programm „WDS 400“ auswählen. Auswahl durch Anklicken der Schaltfläche »Next« (»Weiter«) bestätigen.

● Namen für die Verknüpfung eingeben, z.B. „WDS 400“ und durch Anklicken der Schaltfläche »Finish« (»Fertig stellen«) bestätigen.

> Die Verknüpfung zum Programm „WDS 400“ wird erstellt. Auf dem Desktop des PCs erscheint das Icon (Darstellung eines Wassermoleküls).

● PC neu starten und falls vorhanden Virenschutzprogramm aktivieren. Das Programm wird durch eine Doppelklick auf das Icon gestartet.

Betrieb

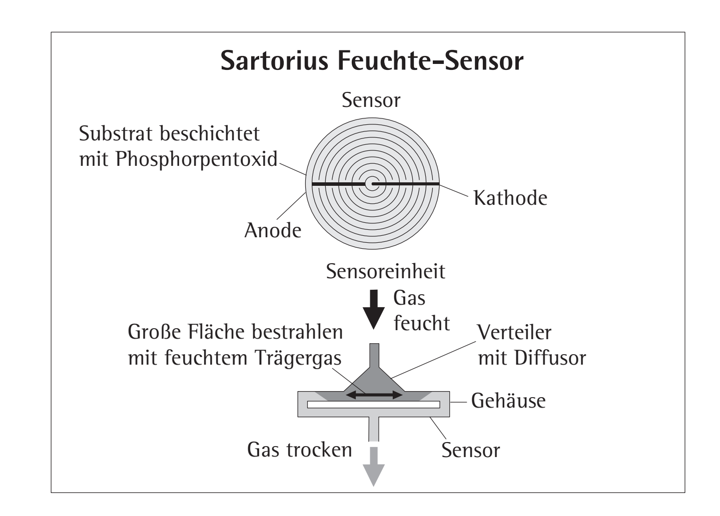
Funktionsprinzip

Das Coulometer WDS 400 verbindet zwei klassische Messmethoden, die Thermoanalyse und die Coulometrie, zu einem leistungsstarken Analyseverfahren zur genauen Bestimmung kleinster Wasserspuren in Feststoffen.

Aus der Thermoanalyse verwendet das Gerät dabei das Verfahren, eine Probensubstanz durch ein definiertes Temperaturprofil so zu erwärmen, dass es möglich wird, die verschiedenen Bindungsformen des Wassers an die Probe voneinander zu unterscheiden. Die unterschiedlichen physikalischen Kräfte, die zur Bindung des Wassers an die Probensubstanz führen, wie z.B. van-der-Waals-Kräfte, Wasserstoffbrückenbindungen, Dipol- und auch elektrostatische Wechselwirkungskräfte führen zu unterschiedlichen thermischen Energien, die notwendig sind, um das Wasser aus der Substanz durch Erwärmen zu entfernen. Durch kontrollierte Wärmezufuhr bei unterschiedlichen Temperaturen ist es möglich, an der Oberfläche anhaftendes Wasser, Kapillarwasser und fester gebundenes Kristallwasser zu unterscheiden.

Der im WDS 400 verwendete elektrochemische Sensor beruht auf einem im Bereich der Coulometrie angesiedelten Messprinzip. Er ermöglicht den selektiven und quantitativen Nachweis des thermisch aus der Probe ausgetriebenen Wassers. In der Coulometrie wird die Elektrizitätsmenge (Ladung) gemessen, die zur vollständigen Dissoziation (Zersetzung) eines Stoffes durch Elektrolyse erforderlich ist. Ist die elektrische Ladung (d.h. das Produkt aus Stromstärke und Zeit), die während des Zersetzungsprozesses geflossen ist, bekannt, so kann mit Hilfe des Faradayschen Gesetzes die Ausgangsmasse des untersuchten Stoffes berechnet werden.

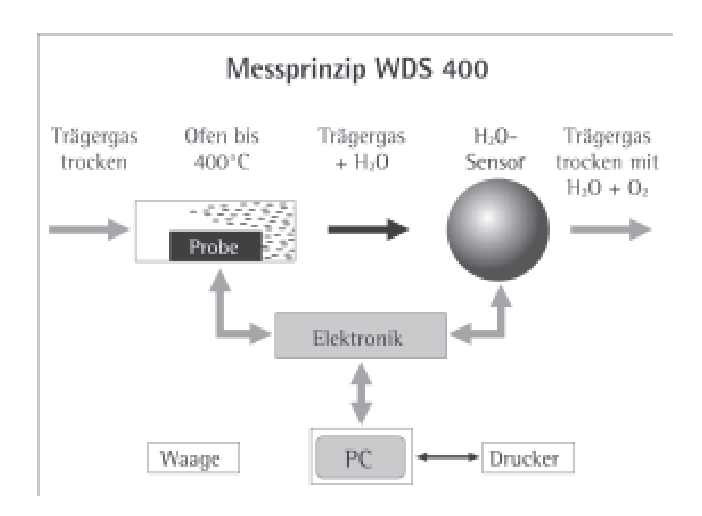
Bei der im Coulometer WDS 400 eingesetzten Messzelle (Sensor) führt die chemische Reaktion des im Probenraum thermisch freigesetzten Wassers mit Phosphorpentoxid zur elektrolytischen Dissoziation der Wassermoleküle.

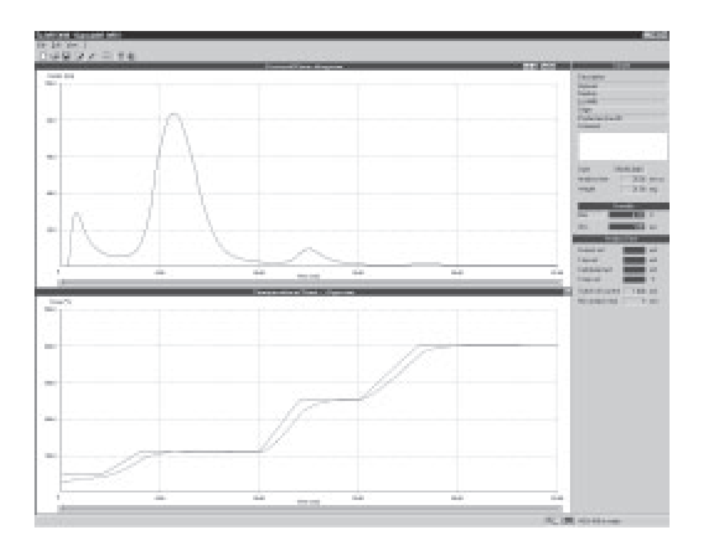


Das Bild links stellt den prinzipiellen Aufbau der Messzelle dar. Zwei Elektroden sind parallel nebeneinander angeordnet. Zwischen diesen beiden Elektroden befindet sich eine dünne Schicht Phosphorpentoxid (P_2O_5), die in einem speziellen Beschichtungsverfahren aufgebracht wurde.

Das gesamte Messverfahren ist schematisch auf der nächsten Seite abgebildet und wird im Folgenden kurz beschrieben:

Das aus der Probensubstanz thermisch ausgetriebene Wasser wird von einem über die Probe geleiteten, inerten (chemisch inaktiven) Trägergas aufgenommen und durch ein, sich daran anschließendes Gasflusssystem, zum elektrochemischen Sensor weitergeleitet. Im Sensor strömt das mit dem Probenwasser beladene Gas über die Phosphorpentoxidschicht. Phosphorpentoxid ist extrem hygroskopisch, das heißt, es besteht eine große Affinität zu Wasser. Dies wird vollständig in der Schicht absorbiert.





Durch die chemische Reaktion der absorbierten Wassermoleküle mit dem Phosphorpentoxid werden diese elektrolytisch zersetzt, d.h. in ihre Bestandteile Wasserstoff und Sauerstoff zerlegt und anschließend durch das Trägergas aus dem Messsystem transportiert. Von jedem elektrolysierten Wassermolekül tragen dabei zwei Elektronen zu einem messbaren elektrischen Strom bei. Der gemessene Elektrolysestrom ist über das Faradaygesetz direkt mit der Anzahl der nachgewiesenen Wassermoleküle und damit mit der Masse des aus der Probe verdampften Wassers verknüpft.

Im Coulometer WDS 400 sind alle für den Messprozess notwendigen Komponenten zusammengefasst. Das Gerät führt die messtechnischen Abläufe, Berechnungen und Auswertungen selbständig durch und liefert dem Anwender am Ende des automatischen Messablaufes eine quantitative und grafische Darstellung des Wassergehaltes der Probensubstanz. Der Messbereich des WDS 400 erstreckt sich dabei ausgehend von ca. 15% Wassergehalt bis hinunter in den ppm-Bereich.

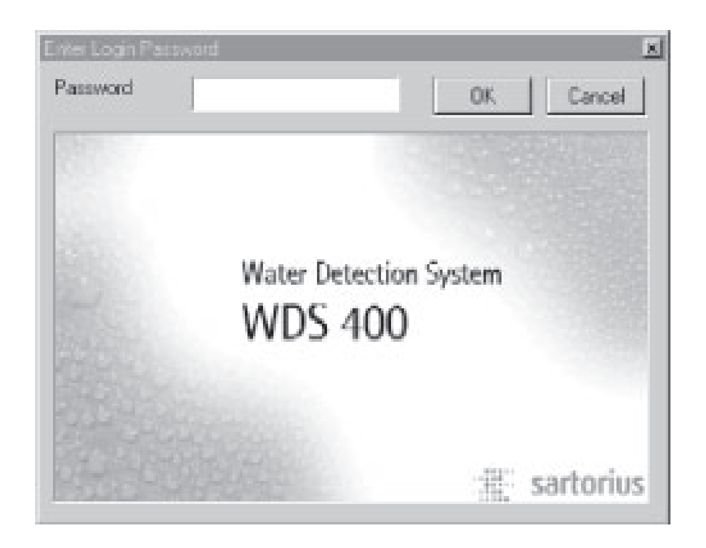
In der links dargestellten Bildschirmmaske ist der prinzipielle Verlauf einer Messung dargestellt (weitere Erläuterungen dazu enthält der Abschnitt »Probenmessungen«). Zu einem vorgegebenen Temperaturverlauf (Ist-Temperaturverlauf, dargestellt durch die rote Linie) ist ein möglicher Verlauf des Analysenstromes gezeigt. Die Fläche unter dieser Analysenstromkurve (d.h. das Zeit-Integral des Analysenstroms) gibt den Gesamtwassergehalt der Probe an. Enthält die Analysenstromkurve mehrere Maxima, so deutet dies auf unterschiedlich stark gebundene Wasseranteile hin. Durch geeignete Wahl der Temperaturstufen kann der Anwender die Probe fraktioniert trocknen und damit die einzelnen Wasseranteile separat messen.

Vorbereitung

Voraussetzungen für eine erfolgreiche Durchführung von Messungen sind:

– Die ordnungsgemäße Inbetriebnahme des Gerätes sowie die Herstellung der Verbindung zum PC.
– Die Installation des mitgelieferten Steuer- und Auswerte-programms.

Alle zugehörigen Tätigkeiten sind im Kapitel »Inbetrieb-nahme« beschrieben.

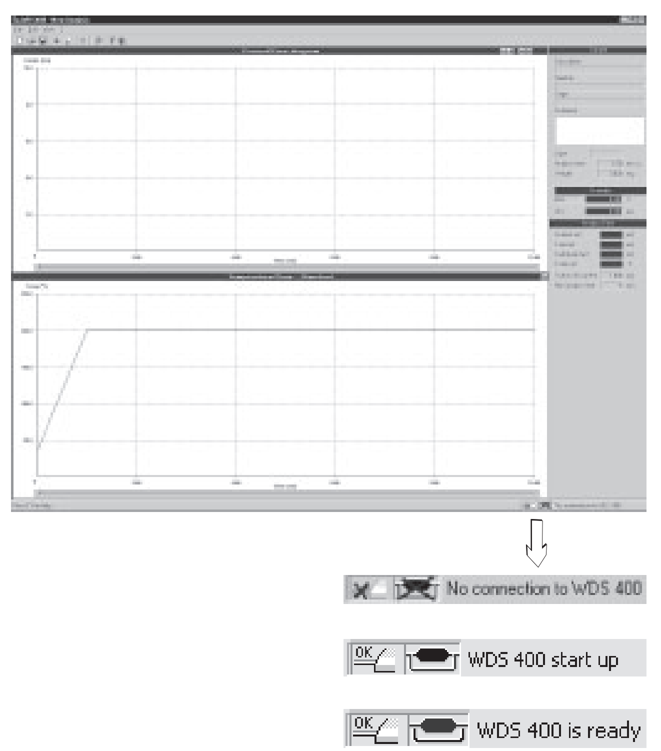


Steuer- und Auswerteprogramm starten

● PC starten und Doppelklick auf Icon (H_2O-Molekül) ausführen.

> Das Programm „WDS 400“ startet.

● Login-Passwort eingeben (beim ersten Start nach der Installation ist kein Passwort voreingestellt) und die Schalt-fläche »OK« anklicken. Wurde das Programm versehentlich gestartet, das Programm durch Anklicken der Schaltfläche »Cancel« abbrechen.



> Auf dem Bildschirm wird die Hauptbedienebene des Pro-gramms »WDS 400 - New Analysis« dargestellt.

Die in der Hauptbedienebene dargestellten Menüs, Schalt-flächen, Informations- und Ergebnisblöcke werden nach-folgend kurz erläutert:

Unterhalb der Menüleiste befindet sich die Schaltflächen-leiste (»Toolbar«). Sie kann mit Hilfe des Menüs »View« aus- und eingeschaltet werden. Der Schaltzustand wird durch ein Häkchen (√) im Menü dargestellt.

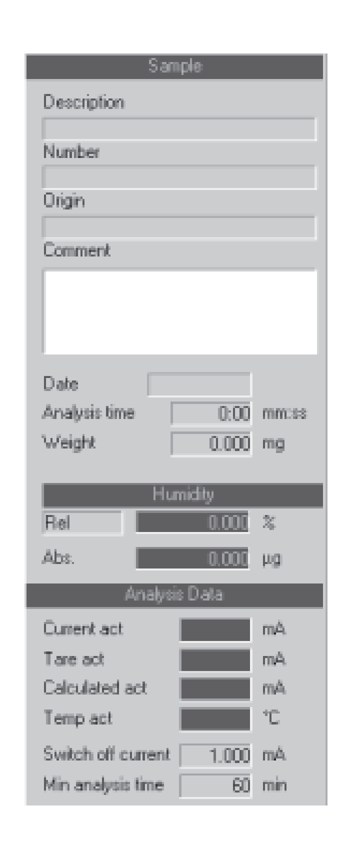
Unterhalb von Menüleiste und Schaltflächenleiste befinden sich die Diagramme für die Darstellung von Analysenstrom »Current/Time diagram« und Ofentemperatur »Temperature/Time«.

Die obere Hälfte des Fensters stellt den Sensorstrom über der Zeit dar. Die Fläche unter dieser Kurve entspricht der für die Dissoziation des Wassers im Sensor verbrauchten Ladungsmenge und ist somit ein Maß für den Wassergehalt der Probe. Im Ruhezustand (Bild links) ist dieses Diagramm leer.

Die untere Hälfte des Fensters stellt die Temperatur im Trocknungsofen über der Zeit dar (Soll- und Istkurve). Die Sollkurve stellt die Temperaturprofil-Datei dar (z.B. „Stan-dard.pfl“). Im Ruhezustand (Bild links) wird keine Ist-Tem-peraturkurve angezeigt.



Unterhalb der beiden Fenster befindet sich die Statusleiste. Sie kann mit Hilfe des Menüs »View« aus- und eingeschaltet werden. Der Schaltzustand wird durch ein Häkchen (√) im Menü dargestellt. Die Statusleiste zeigt im linken Symbolfenster den Zustand des Coulometers an (Ausgeschaltet, Start-Up-Phase, Normalbetrieb). Das rechte Symbolfenster zeigt an, ob das Trägergas durch den Ofen geleitet wird (Messbetrieb) oder am Ofen vorbei (Bypassbetrieb). Im dargestellten Bild ist die COM-Schnittstelle des PCs noch nicht mit dem Gerät verbunden oder das Gerät ist nicht eingeschaltet. Deshalb wird die Meldung »No connection to WDS 400« angezeigt.



Auf der rechten Bildschirmseite befinden sich die Informationsblöcke »Sample«, »Humidity« und »Analysis Data«. Sie enthalten die Vorgabe- und Ergebniswerte der Messung. Der Informationsblock »Sample« enthält insbesondere das Probengewicht, das vor Beginn der Messung eingegeben werden muss. Im Informationsblock »Humidity« wird das Messergebnis dargestellt, der Informationsblock »Analysis Data« enthält die aktuellen Daten der laufenden Messung.

Die Diagramme und Informationsblöcke werden im Abschnitt »Probenmessungen« näher beschrieben.

Menüleiste und Schaltflächen

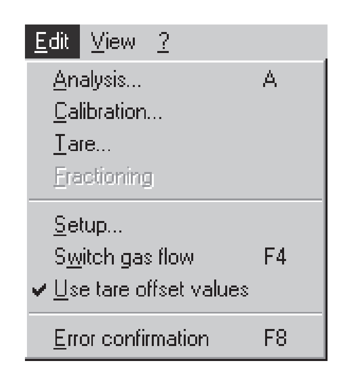
File Edit View ?

Die Menüleiste enthält die 4 Pull-Down-Menüs »File«, »Edit«, »View« und »?«.



Mit Hilfe des Menüs »File« kann der Anwender

- eine Datei für eine neue Messung anlegen (»New«),
- eine bereits existierende Datei öffnen (»Open«),
- eine Datei speichern (»Save«),
- eine Datei unter einem neuen Namen speichern (»Save as...«),
- eine Datei drucken (»Print...«),
- eine Datei vor dem Druck auf dem Bildschirm anzeigen (Druckvorschau, »Print preview...«),
- den Drucker einrichten (»Printer Properties...«),
- das Programm beenden (»Exit«).



Das Menü »Edit« ermöglicht es dem Anwender

– die Feuchtigkeitsbestimmung einer Probe zu starten (»Analysis...«),

– das Gerät zu kalibrieren (»Calibration...«),

– eine sogenannte Taramessung zu starten, um alle nicht von der Probe herrührenden Feuchtigkeitseinflüsse zu bestimmen (»Tare...«),

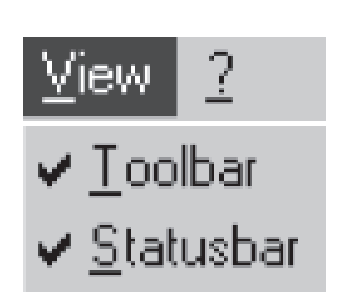
– eine bereits existierende Messung fraktioniert auszuwerten (»Fractioning«),

– Voreinstellungen am Programm vorzunehmen, z.B. minimale Messzeit, minimaler Analysenstrom zur Beendigung der Messung, Schnittstellenparameter der seriellen Schnittstelle für die Verbindung vom Gerät zum PC, Passwörter (»Setup...«),

– den Gasfluss von Messung auf Bypass und zurück umzuschalten (»Switch gas flow«),

– die Analyse mit oder ohne Untergrundkompensation (Ergebnis der Taramessung) durchzuführen (»Use tare offset values«). Wenn aktiviert (»√«), wird von jedem Messpunkt die zuvor gemessene Untergrundfeuchte (d.h. die auch ohne Probe vorhandene Restfeuchte) abgezogen. Zum Aktivieren oder Deaktivieren den Namen anklicken (Toggle-Funktion).

– bei einem aufgetretenen Fehler die zugehörige Fehlermeldung zu bestätigen, um das Programm fortzusetzen (»Error confirmation«).



Das Menü »View« ermöglicht dem Anwender

– das Ein- und Ausblenden der Schaltflächenleiste (»Toolbar«),

– das Ein- und Ausblenden der Statusleiste (»Statusbar«).

Zum Ein- und Ausblenden den Namen (»Toolbar« oder »Statusbar«) anklicken. Ein Häkchen (»√«) vor dem Namen zeigt an, ob die betreffende Leiste ein- oder ausgeblendet ist.

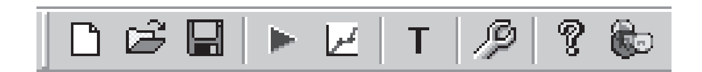




Das Menü »?« ermöglicht es dem Anwender

– die Online-Hilfe aufzurufen (»Help«),

– Informationen über das Programm zu erhalten (»About WDS 400...«)



Die mit Hilfe der Schaltflächenleiste (»Toolbar«) aufrufbaren Funktionen sind abhängig davon, ob das Gerät bereit zum Start einer Messung ist (im Bild links dargestellt) oder eine Messung ausführt. Die Schaltflächenleiste kann mit Hilfe des Menüs »View« - »Toolbar« ein- und ausgeblendet werden. Da jedoch einige Funktionen nur mit Hilfe der Schaltflächenleiste aktiviert werden können, wird empfohlen, diese nicht auszublenden. Die während einer laufenden Messung dargestellten Schaltflächen sind im Abschnitt »Messungen« beschrieben.

Bei Start des Programms enthält die Schaltflächenleiste folgende Schaltflächen:



– Neue Datei öffnen (entspricht dem Menü »File« - »New«)



– Existierende Datei öffnen (entspricht dem Menü »File« - »Open«)



– Datei speichern (entspricht dem Menü »File« - »Save«)



– Messung starten (entspricht dem Menü »Edit« - »Analysis...«)



– Temperaturprofil ändern. Diese Funktion kann nicht über das Menü aufgerufen werden.




– Analyse mit oder ohne Untergrundkompensation durchführen (Toggle-Funktion, entspricht dem Menü »Edit« - »Use tare offset values«). Die Schaltfläche stellt den aktuellen Schaltzustand grafisch sichtbar dar.



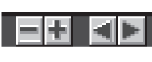

– Setup-Menü aufrufen (entspricht dem Menü »Edit« - »Setup...«)




– Online-Hilfe verwenden (entspricht dem Menü »?« - »Help«)



– Programminformation aufrufen (entspricht dem Menü »?« - »About WDS 400...«)



Die im »Current/Time diagram« oben rechts eingeblendeten Schaltflächen ermöglichen dem Anwender eine veränderte Darstellung der Zeitachse. Anklicken der Schaltflächen »+« oder »-« erweitert / staucht die Zeitachse, Anklicken der Schaltflächen »<« oder »>« verschiebt sie nach links / rechts jeweils um einen Zeitraum von 5 Minuten.



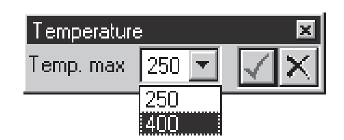
Die im »Temperature/Time diagram« oben rechts eingeblendete Schaltfläche ermöglicht die Kontrolle für Einstellung der max. einstellbaren Ofentemperatur.

Dazu die Schaltfläche anklicken.



> Das Fenster »Temperature« wird auf dem Bildschirm dargestellt.

Max. einstellbare Temperatur: 250°C. oder 400°C., werkseitige Einstellung: 250°C.



○ Falls erforderlich, die Schaltfläche ▼ anklicken und die gewünschte maximale Ofentemperatur auswählen. Die Auswahl durch Anklicken der Schaltfläche √ (Häkchen) bestätigen.

Coulometer für Messung vorbereiten

● WDS 400 mit Netzspannung versorgen (d.h. Netzschalter am Gerät in Stellung »Ein«).

○ Bei Erst-Inbetriebnahme des Gerätes im Setup-Menü des Steuer- und Auswerteprogramms die Daten die Seriennummer des Gerätes und die Port-Nr. der seriellen Schnittstelle einstellen (Registerkarte »Device«, siehe Abschnitt »Programmkonfiguration« in diesem Kapitel).

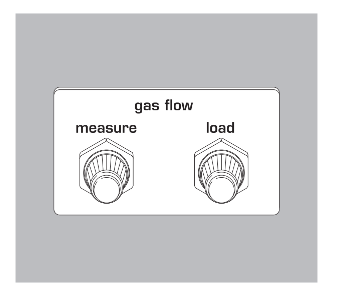
○ Vor der Versorgung des Gerätes mit Trägergas (d.h. vor Aufdrehen des Gasversorgungsventils) das Steuer- und Auswerteprogramm starten.

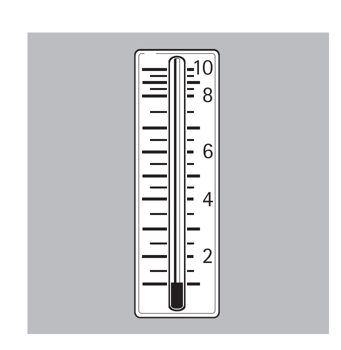
Hinweis:
Solange keine Kommunikation zwischen PC und Gerät besteht, bleiben alle Ventile im Gerät geschlossen, damit keine Feuchtigkeit in die Rohrleitungen eindringen kann.



> Sobald die Kommunikation zwischen Gerät und PC hergestellt ist, beginnt die Startphase des Programms. Sie wird in der Statusleiste dargestellt.

● Zufuhrventil (Druckminderventil) der Trägergasversorgung vorsichtig aufdrehen und am zugehörigen Manometer einen Gasvordruck von ca. 1 bar einstellen.





● Gasfluss für die beiden Zustände »Ofentür geöffnet« (load) und »Messung durchführen« (measure) einstellen. Die beiden zugehörigen Feinregelventile »load« und »measure« befinden sich an der linken Geräteseite. Den aktuellen Gasdurchfluss an der Gasdurchflussanzeige (Gerätevorderseite) ablesen. Siehe dazu die Gerätedarstellung im Kapitel »Übersicht«.

Dazu:
- Ofentür schließen
- Beide Ventile (»load« und »measure«) bis zum Anschlag aufdrehen (gegen den Uhrzeigersinn).
- Ventil »load« so regeln, dass sich ein Gasdurchfluss von 600 bis 800 ml/Minute einstellt. Dies ist der Gasgegenstrom, der bei geöffneter Ofentür ein Eindringen von Feuchtigkeit verhindern soll.
- Ventil »measure« so regeln, dass sich ein Gasstrom von 100 bis 200 ml/Minute ergibt. Dies ist der Gasstrom, der bei einer Messung den im Ofen erzeugten Wasserdampf zum Feuchtigkeitssensor transportiert. Er sollte während einer Messreihe (Taramessung, Kalibrationsmessung, Feuchtigkeitsbestimmung der Proben) konstant gehalten werden.

Während des Messbetriebs erfolgt das Umschalten zwischen den Gasströmen »load« und »measure« beim Öffnen und Schließen der Ofentür automatisch durch den PC.

Programmkonfiguration (Setup)

- Aufruf: »Edit« - »Setup...« eingeben oder die Schaltfläche anklicken.

> Das Fenster »Enter Setup Password« erscheint auf dem Bildschirm.

- Setup-Passwort eingeben (beim ersten Start nach der Installation ist kein Passwort voreingestellt) und die Schaltfläche »OK« anklicken.

> Das Setup-Menü wird auf dem Bildschirm dargestellt. Es ist in 5 Einstellungsgruppen (»Analysis«, »Data«, »Device«, »Correction« und »User«) aufgeteilt, die als Registerkarten dargestellt werden. Bei Aufruf des Setup-Menüs erscheint automatisch die 1. Registerkarte »Analysis«, die anderen durch Anklicken auswählen.

– Falls erforderlich, Daten in die entsprechenden Felder eintragen oder angezeigte Daten ändern.
– Setup-Menü verlassen und alle Einträge und Änderungen in allen Registerkarten bestätigen: Schaltfläche »OK« anklicken.
– Setup-Menü ohne Änderungen verlassen: Schaltfläche »Cancel« anklicken.

- 1. Registerkarte »Analysis«.
  Hier werden die minimale Messzeit und der minimale Analysenstrom eingestellt.

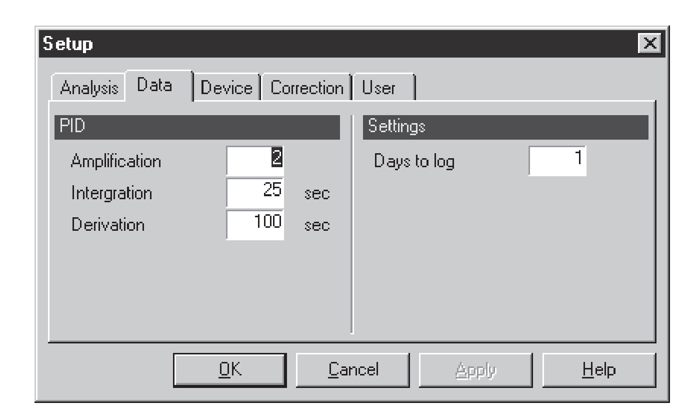
○ Minimale Messzeit (Min. analysis time): Diese Zeit gibt vor, wie lange die Messung durchgeführt wird, bevor der minimale Analysenstrom als Abschaltkriterium angewendet wird.

Empfohlene Einstellung: 15 Minuten, abhängig von der zu analysierenden Probe. Eine längere Messzeit erhöht die Messgenauigkeit. Für Standarduntersuchungen einer Probe die Messzeit durch eine Versuchsreihe ermitteln.

Hinweis:
Das für die jeweilige Messung verwendete Temperaturprofil gibt eine für diese Messung gültige Messzeit vor. Ist diese Messzeit kleiner als die im Setup eingestellte minimale Messzeit, so wird die Messung nach Ablauf der aus dem Temperaturprofil abgeleiteten Messzeit abgebrochen. Das gilt auch, falls zu diesem Zeitpunkt der minimale Analysenstrom noch nicht unterschritten wurde.

○ Abschaltstrom (Switch off current): Ist die im Feld »Min. analysis time« eingestellte minimale Messzeit abgelaufen, so wird bei Unterschreiten des eingestellten Analysenstroms die Messung beendet. Kleinere Einstellung erhöht die Messgenauigkeit.

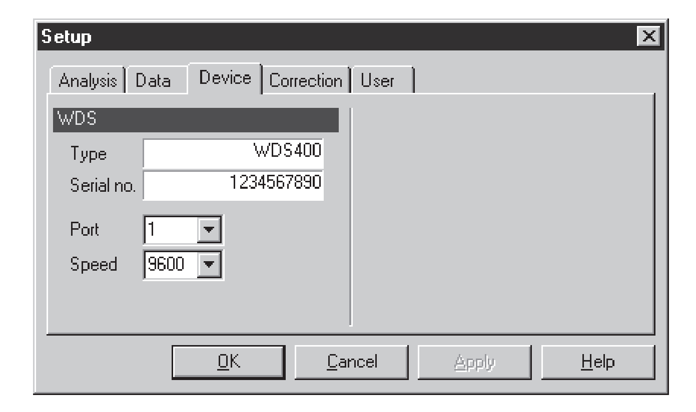
Empfohlene Einstellung: 0,500 mA.



● 2. Registerkarte »Data«.

– In Spalte »PID« werden die Parameter des PID-Reglers für die Ofenheizung eingestellt. Die Werte für den Verstärkungsfaktor (Amplification), den Integralbereich (Integration) und den Differentialbereich (Derivation) sind im Hinblick auf optimales Regelverhalten eingestellt. Diese Parameter dürfen nur durch einen Servicetechniker geändert werden.

– In Spalte »Settings« wird der Parameter »Days to log« angezeigt. Hier wird der Zeitraum eingetragen, nach dem jeweils eine neue Error-Log-Datei angelegt wird. Bei Fehlern kann der Service die Error-Log-Datei zur Fehlerdiagnose auswerten.



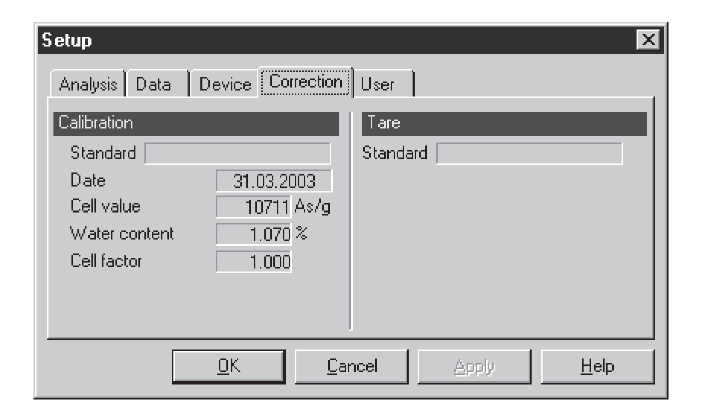
● 3. Registerkarte »Device«.

Hier werden Daten zur Identifikation des Gerätes und zur Kommunikation mit dem PC gespeichert. Beim ersten Aufruf des Programms nach Installation die Seriennummer des Gerätes und die Port-Nr. der seriellen Schnittstelle des PCs in die entsprechenden Felder eintragen. Die Baudrate (»Speed«) stellt sich automatisch ein.

Das Feld »Type« enthält den Gerätetyp und ist bereits ausgefüllt („WDS 400“).

○ Im Feld »Serial no.« die Seriennummer des Coulometers WDS 400 eintragen. Sie befindet sich auf dem Typenschild auf der Geräterückseite.

○ Die Felder »Port« und »Speed« mit den entsprechenden Daten für den Anschluss des Gerätes an den PC ausfüllen. Beim Anklicken der Schaltfläche »OK« werden die Daten übernommen und die Schnittstelle automatisch für die Kommunikation mit dem Gerät eingestellt.



● 4. Registerkarte »Correction«.

Hier werden unter »Standard« die Dateinamen der aktuell verwendeten Kalibrationsmessung und der Untergrundkompensationsmessung (Taramessung) aufgelistet. Zusätzlich werden die Ergebnisse der Kalibrationsmessung angezeigt:

– Datum der letzten Kalibration (Date)

– Zellenstandardwert (Cell value). Der hier eingetragene Wert ist die für die Elektrolyse von 1 g Wasser erforderliche Ladungsmenge (d.h. die Faradaykonstante bezogen auf 1/18 Mol). Der Wert beträgt 10711 As/g und ist konstant.

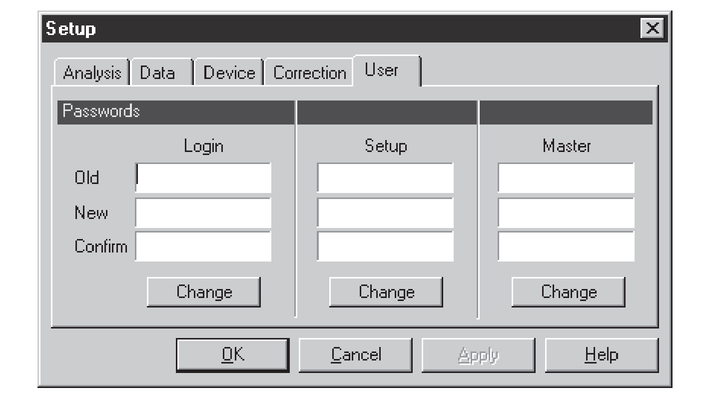
– Wassergehalt der Probe (Water content). Dieser Wert wird vom Kalibrierstandard übernommen (Angabe z.B. auf der Probendose) und beim Start der Kalibrationsmessung eingegeben.

Beispiel:
Der Wassergehalt des mitgelieferten Kalibrierstandards Natriumwolframat (Na_2WO_4) beträgt 1,07 %.

– Korrekturfaktor (Cell factor). Mit diesem Faktor wird der gemessene Wasseranteil multipliziert, um daraus den Wassergehalt der Probe zu berechnen.
Er wird bei der Kalibrationsmessung wie folgt berechnet:
Cell factor = Sollwert des Wassergehaltes (Water content) / gemessener Istwert des Wassergehaltes.

Beispiel: Kalibrationsmessung mit Natriumwolframat (Na_2WO_4) mit einem Wassergehalt von 1,07 %. Die Messung ergibt einen Wassergehalt von 1,20 %. Daraus berechnet sich ein Korrekturfaktor (Cell factor) von 1,07 / 1,20 = 0,89

⚠ Bei der Erst-Inbetriebnahme des Programms sind die Einträge in dieser Registerkarte mit Daten des Auslieferungszustandes belegt und können nicht für die Messung von Proben verwendet werden. Erst nach Durchführung einer Taramessung und einer Kalibrationsmessung ist das Gerät für die Messung von Proben richtig eingestellt. Der Korrekturfaktor ist bei Auslieferungszustand 1.0. Mit diesem Wert wird die 1. Taramessung durchgeführt.



● 5. Registerkarte »User«.

Hier werden die Passwörter für das Programm verwaltet:
– Login-Passwort: Zugangsberechtigung für die Anwenderebene
– Setup-Passwort: Zugangsberechtigung zum Setup-Menü
– Master-Passwort: Zugangsberechtigung für Anwenderebene und Setup-Menü

Nach Installation des Programms gilt die Voreinstellung: alle 3 Passwörter sind leer.

Da das Master-Passwort sowohl den Zugang zur Bedienerebene (Login) als auch zum Setup ermöglicht, muss es gesetzt sein, sobald eines der beiden anderen Passwörter gesetzt ist.

Empfehlung: Direkt nach der Programminstallation alle Passwörter setzen.

Hinweis:
Auf Groß- und Kleinschreibung achten, „xYz“ ist nicht identisch mit „XyZ“.

○ Passwörter eintragen oder ändern:
– In der betreffenden Spalte (»Login«, »Setup« oder »Master«) unter »Old« das zur Zeit gültige Passwort eingeben (falls es leer ist, das betreffende Feld leer lassen).
– Neues Passwort unter »New« eintragen und unter »Confirm« wiederholen.
– Schaltfläche »Change» anklicken. Das betreffende Passwort wird geändert, die Schaltfläche »OK« (im unteren Teil des Fensters) zum Verlassen des Setup-Menüs ändert sich in »Close«.
– Falls gewünscht, weitere Passwörter ändern.
– Schaltfläche »Close« anklicken, um das Setup-Menü zu verlassen oder andere Registerkarte anklicken, um weitere Einstellungen vorzunehmen.

Spülbetrieb

- Gerät nach Erst-Inbetriebnahme oder längerem Nichtgebrauch ausgiebig mit trockenem Gas spülen, um Reste von Feuchtigkeit oder Fremdgase aus dem System zu entfernen.



– Das Programm muss sich im Status »Messbereit« (Anzeige: »WDS 400 is ready«) befinden.

Hinweis:
Solange der Zustand »WDS 400 is ready« nicht angezeigt wird, sind die Ventile im Gaseinlass und Gasauslass geschlossen, damit keine Feuchtigkeit in das Gerät eindringen kann

Hinweis:
Im Status »Messbereit« kann der Trägergasstrom zwischen Normalbetrieb (der Trägergasstrom wird durch den Ofen und den Filter geleitet) und Bypassbetrieb (Ofen und Filter werden umgangen) hin- und zurückgeschaltet werden. Dazu den Menüpunkt »Edit« - »Switch gas flow« anklicken oder die Funktionstaste F4 drücken. Die Ventile müssen dabei hörbar schalten. Der jeweilige Schaltzustand wird in der Statuszeile des Programms angezeigt.



– Normalbetrieb: eine dicke blaue Linie mit einem blau ausgefüllten Symbol für den Ofen.
– Bypassbetrieb: Das Symbol für den Ofen ist schwarz ausgefüllt, eine dünne blaue Linie umgeht das Symbol für den Ofen.

– Am Ventil »measure« einen Gasfluss von ca. 100 ml/min. einstellen.

– Messstrom beobachten.
Falls der Messstrom zu stark ansteigt (> 50 mA), den Gasfluss so weit reduzieren, dass max. 50 mA erreicht werden.

– Nach kurzer Haltezeit zurückregeln bis auf 100 ml/Minute.

Dauerbetrieb

Das Gerät ist für den Dauerbetrieb zugelassen.

- Falls es für einige Zeit nicht benutzt wird (über Nacht oder an Wochenenden), den Gasfluss reduzieren. Dieser sollte aber nicht kleiner als 50 ml/Minute sein, um Feuchtigkeitseinflüsse bei der Wiederaufnahme des Messbetriebs zu vermeiden und immer gleichbleibend gute Messergebnisse zu erzielen.

- Bei längerem Nichtbetrieb kann das Gerät abgeschaltet werden. In diesem Fall muss es vor Beginn von Messungen erneut gründlich gespült werden (siehe Abschnitt »Spülbetrieb«), was daher einen gewissen Zeitaufwand erfordert.

Taramessung

Um eine möglichst hohe Messgenauigkeit zu erzielen, muss vor der Kalibrationsmessung derjenige Feuchteeinfluss bestimmt werden, der nicht aus dem Kalibrierstandard (oder bei der Probenmessung aus der Probensubstanz) freigesetzt wird. Diese Messung wird als Taramessung bezeichnet. Sie erfasst die im Trägergasstrom vorhandene Restfeuchte, beim Öffnen und Schließen der Probenraumtür in das System gelangte Feuchte und die am Probenschiffchen anhaftende Feuchte (Messuntergrund). Die Taramessung mit demselben Temperaturprofil (z.B. „Standard.pfl“) und unter denselben Bedingungen durchführen wie die nachfolgenden Probenmessungen (einziger Unterschied: keine Probensubstanz im Schiffchen).

Hinweis:
Die Taramessung verwendet automatisch das Temperaturprofil „Tara.pfl“. Deshalb diese Datei erzeugen, indem die für die Messung der Probensubstanz verwendete Temperaturprofil-Datei durch den Befehl »File« - »Save as...« (»Datei« - »Speichern unter...«) als „Tara.pfl“ gespeichert wird. Siehe dazu auch »Temperaturprofil einstellen« im Abschnitt »Probenmessung«.

Hinweis:
Die im Setup-Menü vorgegebene Heizzeit wird bei Taramessungen und bei Kalibrationsmessungen nicht überschrieben.

Tare Assistant

Tare

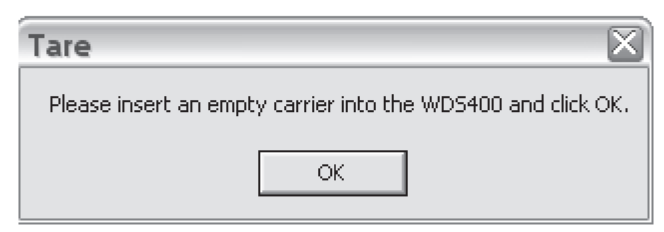
This assistant will help you to determine a tare offset value of the given air moisture.

< Back | Next > | Finish | Cancel | Help

- Menü »Edit« - »Tare...« aufrufen.

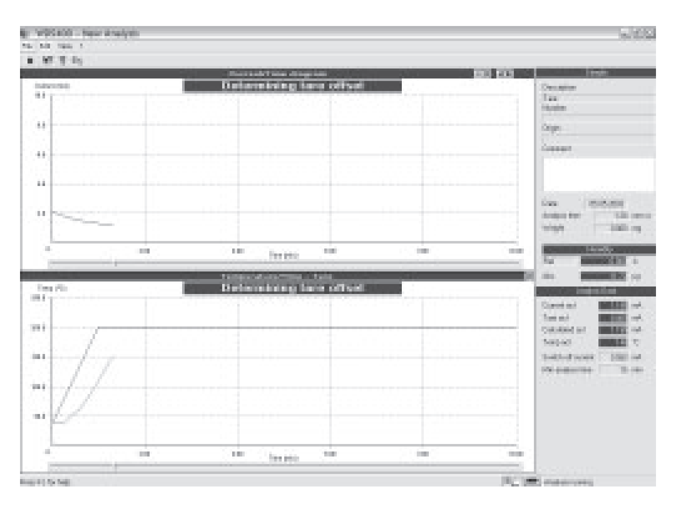
\> Das Fenster »Tare Assistant« erscheint auf dem Bildschirm.

- Schaltfläche »Finish« anklicken (Abbruch: Schaltfläche »Cancel« anklicken).



\> Das Fenster »Tare« erscheint auf dem Bildschirm.

- Ofentür öffnen, leeres Schiffchen mittels Pinzette (Zubehörteil im Etui mitgeliefert) weit in den Ofen einführen (bis zum hinteren Anschlag), Ofentür schließen, bis die Verschlussklinke hörbar einrastet. Taramessung durch Anklicken der Schaltfläche »OK« starten



\> Die Taramessung wird auf dem Bildschirm dargestellt. Im oberen Diagramm wird der Analysenstrom durch eine blaue Linie dargestellt, im unteren Diagramm wird die Temperatur-Sollwertkurve (braune Linie) und die Temperatur-Istwertkurve (rote Linie) dargestellt. Der aktuell ermittelte Absolutwert der Feuchte wird im Informationsblock »Humidity«, dargestellt, »Analysis Data« zeigt die aktuellen Werte von Temperatur und Analysenstrom.

Hinweis:
Bei der Taramessung und der Kalibrationsmessung wird die im Setup eingestellte Zeit »Min. analysis time« nicht überschrieben.



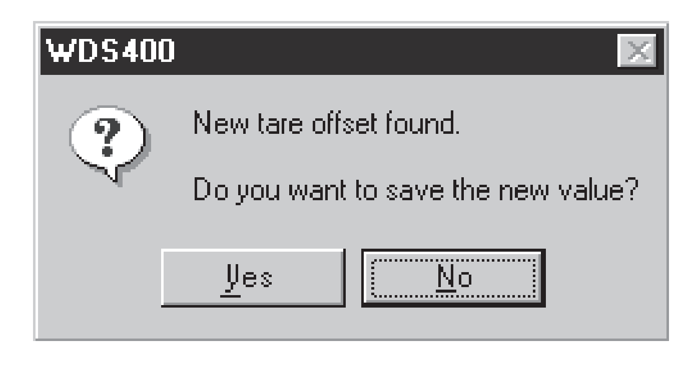
> Während der laufenden Messung wird eine andere Schaltflächenleiste (Toolbar) angezeigt. Dem Anwender stehen die folgenden Funktionen zur Verfügung:

– Messung manuell beenden

– Programminformation aufrufen (entspricht dem Menü »?« - »About WDS 400...«)

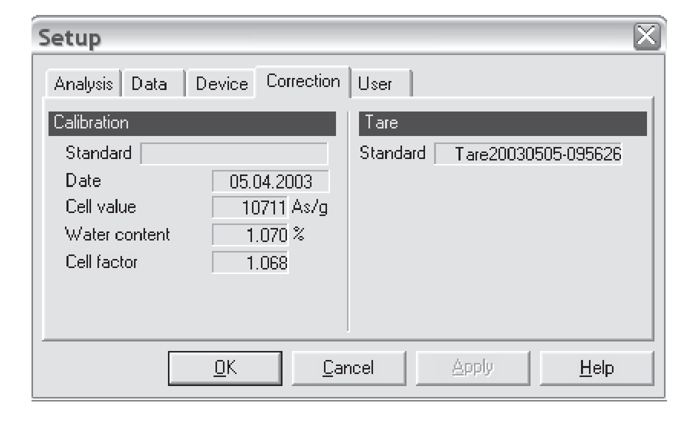
– Online-Hilfe verwenden (entspricht dem Menü »?« - »Help«)

– Temperaturprofil während der laufenden Messung ändern



> Nach Ablauf der im Setup voreingestellten Messzeit (»Min. analysis time« wird bei Unterschreiten des voreingestellten Analysenstroms (»Switch off current«) die Taramessung beendet.

● Ergebnis der Taramessung in einer Taradatei speichern: Schaltfläche »Yes« anklicken, anderenfalls »No«.



> Das Ergebnis der Taramessung und der Name der Taradatei werden im Setup-Menü in der Registerkarte »Correction« angezeigt. Die in dieser Datei gespeicherten Daten gelten für die Korrektur von Kalibrationsmessungen und Probenmessungen bis zur Erstellung einer neuen Taradatei.

Kalibrationsmessung

Das Gerät durch Messung einer Probe mit bekanntem Wassergehalt kalibrieren. Eine solche Kalibrationsmessung ist immer erforderlich:
– bei der Erst-Inbetriebnahme des Gerätes,
– nach längerem Nichtgebrauch (z.B. bei der Arbeitsaufnahme nach Wochenenden, ggf. jeden Morgen),
– vor Präzisionsmessungen von Probensubstanzen,
– nach Reinigung des Filters oder Feuchtesensors,
– nach Neubeschichtung oder Tausch des Feuchtesensors,
– falls bei Probenmessungen die Substanz durch die Einstellung einer zu hohen Temperatur verflüchtigt wurde.

Hinweise:
– Es wird empfohlen, die Kalibrierung mit 3 Messzyklen durchzuführen. Für höchste Genauigkeitsanforderungen ggf. mit 5 Messzyklen kalibrieren.

– Wird eine Kalibration mit mehr als einem Messzyklus gestartet, so werden alle Messungen gewertet.

– Alle Kalibrationsmessungen sehr sorgfältig und mit gleichmäßiger Arbeitsweise durchführen. Die Arbeitsweise sollte derjenigen von Probenmessungen entsprechen.

– Das Programm verwendet für die Kalibrationsmessungen das Temperaturprofil „Calib.pfl“. Es ist auf den mitgelieferten Kalibrierstandard Natriumwolframat (Na_2WO_4) mit einem Feuchtegehalt von 1,07 % eingestellt. Bei Verwendung eines anderen Kalibrierstandards das Temperaturprofil „Calib.pfl“ entsprechend anpassen.

– bei Erst-Inbetriebnahme des Gerätes wird folgende Arbeitsweise empfohlen: Spülen, Taramessung, Kalibration (3 Messzyklen).

– Um eine hohe Genauigkeit zu erzielen, sollte der Messstrom ein Maximum von ca. 85 mA erreichen, d.h. die Messstromkurve sollte möglichst hoch und schmal sein. Dabei ist jedoch zu beachten, dass das Gerät automatisch auf Bypass umschaltet, wenn der Analysenstrom 95 mA überschreitet, um den Sensor nicht zu überlasten. In einem solchen Fall ist die Messung nicht auswertbar.

– Bei Verwendung des mitgelieferten Kalibrierstandards Natriumwolframat eine Einwaage von 20 ... 25 mg verwenden, um damit einen maximalen Analysenstrom von 70 bis 90 mA zu erhalten.

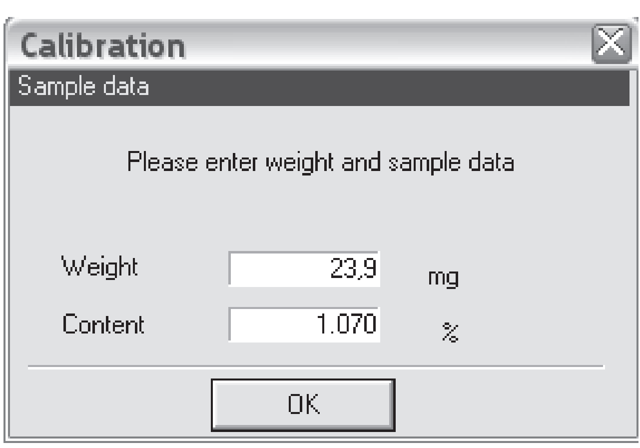
– Nach Bedarf regelmäßig die richtige Kalibrierung des Gerätes überprüfen. Dazu den Kalibrierstandard als Probe messen.

● Menü »Edit« - »Calibration...« aufrufen.



> Das Fenster »Calibration Assistant« erscheint auf dem Bildschirm.

● Anzahl der Kalibrationszyklen (z.B. 3 Zyklen) eingeben und Schaltfläche »Finish« anklicken
(Abbruch: Schaltfläche »Cancel« anklicken).



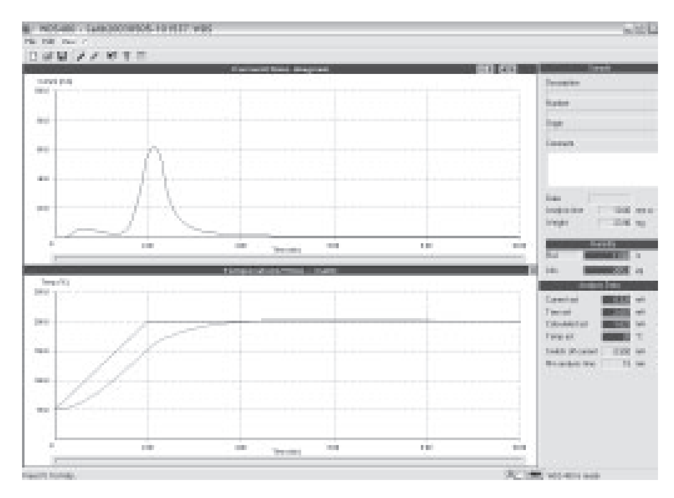
> Das Fenster zur Eingabe von Probenmenge und Wassergehalt des verwendeten Kalibrierstandards erscheint auf dem Bildschirm.

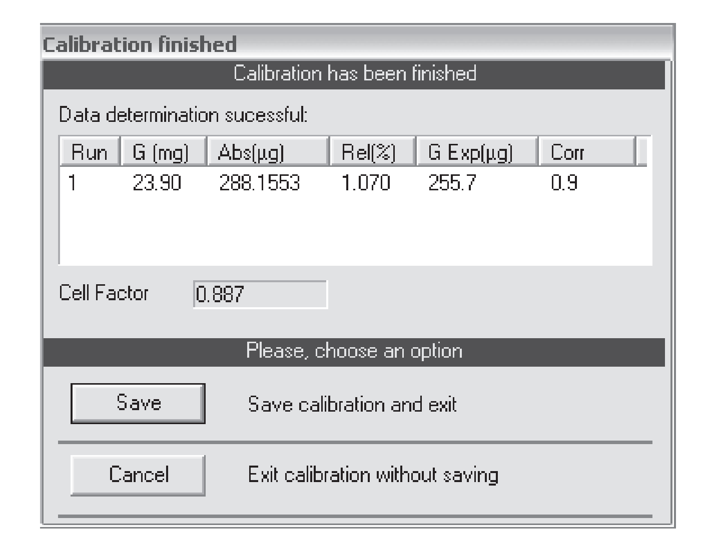
● Leeres Probenschiffchen nehmen und Kalibrierstandard einwägen (bei Verwendung des mitgelieferten Kalibrierstandards Na_2WO_4 mit 1.07 % rel. Feuchte ca. 20 ... 25 mg).

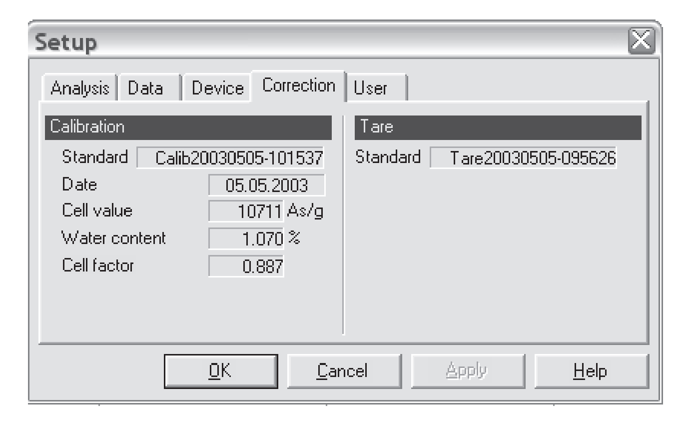
● Probenschiffchen mittels Pinzette (Zubehörteil im Etui) in den Ofen bis zum Anschlag einführen. Ein Haltefähnchen am Ende des Probenschiffchens ermöglicht das Greifen und den Transport des Schiffchens mit der Pinzette. Ofentür schließen, bis die Verschlussklinke hörbar einrastet.

● Einwaage und Wassergehalt in den dafür vorgesehenen Feldern eintragen. Der Wassergehalt ist auf der Probe angegeben (z.B. 1,07 % für den mitgelieferten Kalibrierstandard Na_2WO_4). Eingabe durch Anklicken der Schaltfläche »OK« bestätigen.









● Kalibrationsmessung starten: Schaltfläche »OK« anklicken.

> Die Kalibration läuft automatisch, bis alle Messungen durchgeführt sind. Der Verlauf der Messung wird auf dem Bildschirm dargestellt. Das obere Diagramm zeigt den zeitlichen Verlauf des Analysenstroms, das untere Diagramm die Soll- und Istwertkurve des zeitlichen Verlaufs der Temperatur.

Hinweis:
Falls die Messung bei einer höheren Temperatur startet als wie durch die Temperatur-Sollwertkurve vorgegeben, wird eine Warnungsmeldung auf dem Bildschirm angezeigt. Die Warnmeldung durch Anklicken der Schaltfläche »Yes« (»Ja«) bestätigen, um die Messung zu starten. Abbruch der Messung: Schaltfläche »No« (»Nein«) anklicken.

Hinweis:
Bei mehr als einem Messzyklus wie folgt vorgehen:
Ein zweites Probenschiffchen verwenden. Während die erste Messung läuft, das zweite Schiffchen auf der Waage platzieren und dieses kurz vor dem Ende der Messung befüllen. Am Ende der Messung die Ofentür öffnen, das erste Schiffchen aus dem Ofen holen und das zweite Schiffchen in den Ofen einführen. Ofentür schließen, Einwaage in den PC eingeben und Messung erneut starten. Während dieser Messung den Probenrest aus dem ersten Schiffchen entfernen (zur Reinigung ggf. mitgelieferten Pinsel verwenden), Schiffchen auf der Waage platzieren und kurz vor dem Ende der zweiten Messung befüllen. Am Ende der zweiten Messung die zweite Probe aus dem Ofen nehmen, und die dritte Probe einführen. Einwaage in den PC eingeben und dritte Messung starten. Bei mehr als 3 Messungen entsprechend verfahren.

> Am Ende des Kalibrationsvorgangs wird das Ergebnis in einem Fenster dargestellt.

Der wichtigste Kennwert der Kalibrationsmessung ist der Korrekturfaktor »Cell Factor«. Der gemessene Wassergehalt aller nachfolgenden Probenmessungen wird mit diesem Faktor multipliziert um daraus den Wassergehalt der Probe zu berechnen. Im vorliegenden Beispiel ergab die Kalibrationsmessung einen gemessenen relativen Wassergehalt von 1,2 %. Der Sollwert liegt bei 1,07 %. Daraus ergibt sich ein Korrekturfaktor von 1,07/1,2 = 0,89.

● Kalibrationsmessung übernehmen: Schaltfläche »Save« anklicken (Abbruch der Kalibrationsroutine ohne Übernahme des Ergebnisses: Schaltfläche »Cancel« anklicken).

> Bei erfolgreichem Abschluss der Kalibration wird der Name der Kalibrationsdatei, der Sollwert des Feuchtegehaltes des verwendeten Kalibrierstandards und der gemessene Korrekturfaktor (»Cell factor«) in der Registerkarte »Correction« im Setup eingetragen. Die Kalibration bleibt solange gültig, bis eine neue Kalibrationsmessung diese Daten überschreibt.

Probenmessung

Die Messung einer Probensubstanz setzt voraus, dass der Anwender einen ungefähren Überblick darüber hat, bei welchen Temperaturen aus der Probensubstanz Wasser freigesetzt wird. Aus diesen Temperaturen muss der Anwender ein Temperaturprofil entwickeln: mit welcher Temperatur startet die Messung, welche Temperaturstufe soll wie lange angefahren werden (fraktioniertes Trocknen der Probensubstanz, um unterschiedlich gebundenes Wasser auszutreiben).

Die bei einer bestimmten Temperaturstufe freigesetzte Wassermenge bestimmt durch die Höhe des Analysenstroms („Peak") die Menge der Probensubstanz. Sie ist so zu wählen, dass der höchste Peak (falls es mehrere Peaks gibt) einerseits ein möglichst großes Analysenstrommaximum erreicht (z.B. 75 ... 90 mA). Dadurch verbessert sich die Messgenauigkeit. Andererseits darf das Strommaximum nicht so groß werden, dass der Feuchtesensor überlastet wird (> 95 mA). In einem solchen Fall schaltet das Programm die Ventile auf Bypass und die Messung ist nicht verwertbar.

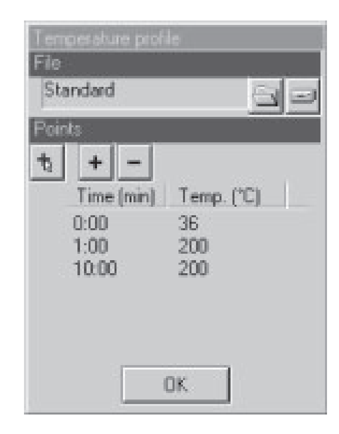
– Die gesamte durch das Temperaturprofil definierte Messzeit überschreibt die im Setup-Menü definierte Messzeit (»Min. analysis time«).

– Die Gasdurchflussmenge, wenn möglich, nicht verändern. Taramessung, Kalibrationsmessung und Probenmessungen mit derselben Gasdurchflussmenge durchführen.

– Für die Messung neuer oder unbekannter Substanzen das optimale Temperaturprofil mittels Versuchsreihe ermitteln.

– Als Anhaltspunkt gilt:
  Bei der Messung pulverförmiger Substanzen flachere Temperaturrampen, bei Granulaten steilere Temperaturrampen verwenden. Anorganische Substanzen ggf. bis 250 ... 400 Grad erhitzen, dabei darauf achten, dass sich die Substanz nicht zersetzt (Farbe und Geruch nach dem Trocknungsvorgang prüfen). Als Probenmenge > 20 mg wählen, maximale Einwaage: 25 ... 250 mg.

Temperaturprofil einstellen

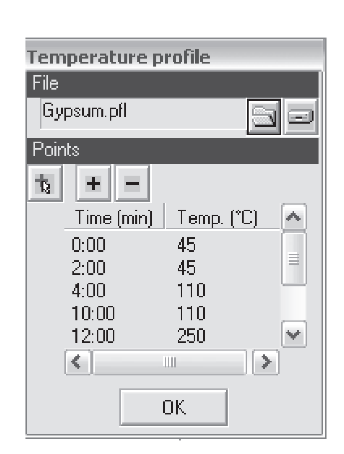


● Schaltfläche (Temperaturprofil laden) anklicken.
Das Temperaturprofil kann nicht mit Hilfe des Menüs aufgerufen werden. Deshalb, falls erforderlich, die Schaltflächenleiste (Toolbar) einblenden (Menü »View« - »Toolbar«).

> Das Fenster »Temperatur profile« wird als ein zusätzliches Fenster auf dem Bildschirm dargestellt.

Temperaturprofile werden als Dateien (Datei-Extension: „.pfl") auf dem PC abgelegt. Bei Aufruf des Temperaturprofils wird die zuletzt verwendete Temperaturprofil-Datei angezeigt, bei Neustart des PCs die Datei „Standard.pfl". Der Dateiname wird im Kopf des Fensters unter »File« angezeigt (im dargestellten Bild „Standard.pfl").

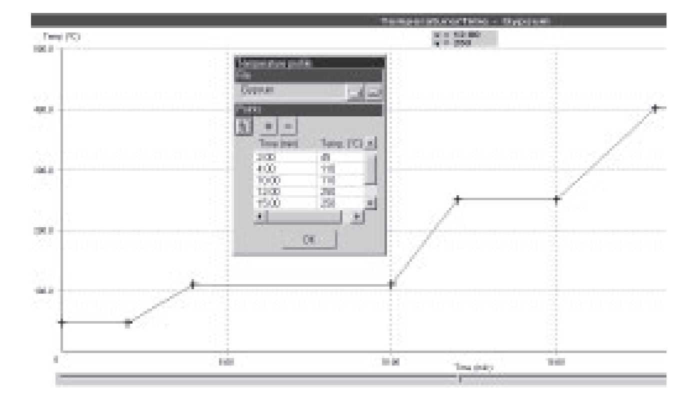
Das zugehörige Temperaturprofil ist unter »Points« aufgelistet und wird auch auf dem Bildschirm im Temperatur-/ Zeit-Diagramm (untere Bildschirmhälfte) grafisch dargestellt.



○ Anderes Temperaturprofil auswählen:
Die Schaltfläche mit dem Ordnersymbol rechts neben dem Dateinamen anklicken und die gewünschte Datei über den entsprechenden Pfad auswählen.

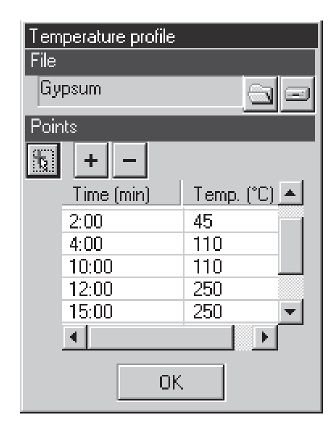
Enthält die Zeit-/Temperaturtabelle des gewählten Temperaturprofils mehr als 6 Zeitpunkte, so wird im Fenster nur ein Ausschnitt aus der ganzen Tabelle dargestellt, die Auswahl erfolgt über Bildlaufleisten rechts und unten.

○ Temperaturprofil ändern:
Das rote Pluszeichen (links oben) anklicken. Die bisher vor einem grauen Untergrund dargestellte Tabelle wird jetzt vor einem weißen Hintergrund dargestellt. Im Temperatur-/ Zeitdiagramm erscheint ein Doppelkreuz als Mauszeiger, die Projektion dieses Kreuzes auf die x-Achse (d.h. der zugehörige Zeitpunkt) wird durch einen Zeiger unterhalb des Temperatur-/Zeitdiagramms markiert. Die Koordinaten des Mauszeigers werden in einem grau hinterlegten Feld angezeigt.



– Einfügen einer neuen Temperaturstufe:
Im Temperatur-/Zeitdiagramm den gewünschten Punkt mit der Maus anfahren und klicken. Die entsprechende Koordinate wird automatisch in die Tabelle übertragen, nochmaliges Klicken löscht sie wieder (siehe Bild links).

Zeit-/Temperaturtabelle editieren:
Gewünschte Zeile durch Anklicken markieren und die Schaltfläche »+« anklicken: die markierte Zeile wird kopiert, dabei wird die zugehörige Zeit um 30 sec erhöht (siehe Bild links). Die neue Zeile doppelklicken, Zeit und Temperatur editieren, wobei in der Spalte »Zeit« nur volle Minuten akzeptiert werden. Die Änderung durch Anklicken der Schaltfläche »OK« (links neben der editierten Zeile) bestätigen.



– Löschen einer Temperaturstufe:
Im Temperatur-/Zeitdiagramm den zu löschenden Punkt mit der Maus anfahren und klicken.

Zeile aus Zeit-/Temperaturtabelle löschen:
Zu löschende Zeile durch Anklicken markieren und die Schaltfläche »-« anklicken.

○ Umschalten zwischen Editier- und List-Modus:
Schaltfläche mit dem roten Pluszeichen anklicken. Im List-Modus wird die Tabelle vor einem grauen Hintergrund dargestellt, im Editier-Modus vor einem weißen Hintergrund. Jedes Anklicken ändert den Modus erneut (Toggle-Schalter).

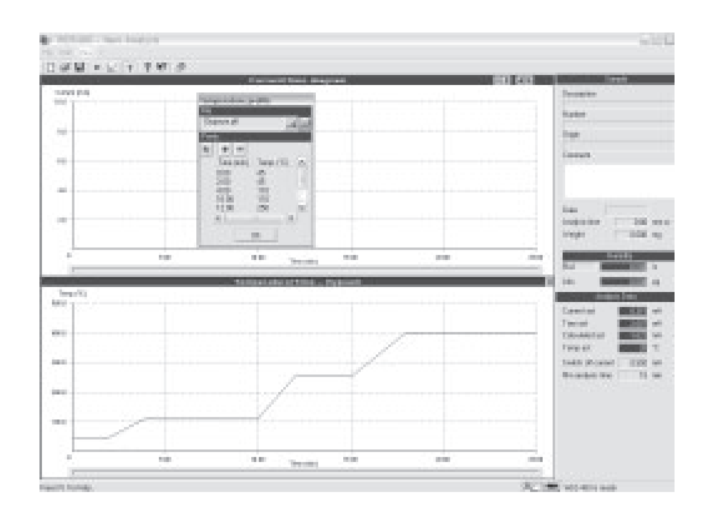
○ Temperaturprofil-Datei unter einem anderen Namen speichern:
Die Schaltfläche mit dem Laufwerksymbol rechts neben dem Dateinamen anklicken und den gewünschten Pfad sowie den Dateinamen eingeben und speichern.

● Änderung des Temperaturprofils bestätigen:
Schaltfläche »OK« (am Fuß des Fensters) anklicken. Das Fenster wird geschlossen und die zugehörige Datei für die nachfolgenden Messungen verwendet.

Messung durchführen

Hinweis:
Das zu untersuchende Probenmaterial in untermittelbarer Nähe zum Messplatz (Aufstellort von WDS 400 und Waage) lagern. Kurze Wege vermeiden Messfehler infolge von Abdampfen leichtflüchtiger Wasseranteile aus der Probe oder infolge der Aufnahme von Luftfeuchte bei hygroskopischen Proben.

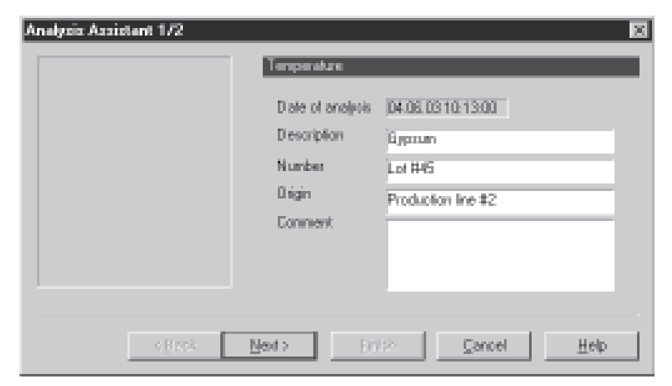
● Schaltfläche (Neue Datei) anklicken oder Menü »File« - »New« aufrufen. Damit wird eine neue Messwertdatei erstellt.



● Geeignetes Temperaturprofil wählen (siehe vorherigen Abschnitt). Im hier gezeigten Beispiel einer Gipsprobe wird das Temperaturprofil „Gypsum.pfl“ mit 4 Temperaturstufen gewählt (siehe Bild links). Die aus diesem Temperaturprofil abgeleitete Messzeit wird in das Feld »Analysis time« im Datenbereich »Sample« der Hauptbedienebene übertragen.

● Auswählen, ob die Messung mit oder ohne Untergrundkompensation (d.h. mit oder ohne Berücksichtigung der Taramessung) ausgeführt werden soll (siehe dazu den Hinweis am Ende dieses Abschnitts) . Wird die Schaltfläche als „niedergedrückt“ dargestellt, so ist die Untergrundkompensation eingeschaltet. Zum Ein- und Ausschalten die Schaltfläche anklicken.

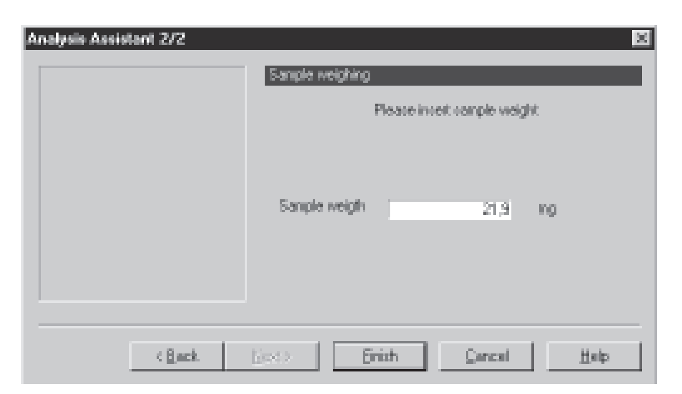
● Schaltfläche (Messung starten) anklicken oder Menü »Edit« - »Analysis...« aufrufen.



> Das 1. Fenster »Analysis Assistant« erscheint auf dem Bildschirm.

● In dieses Fenster Daten zur Spezifikation der Probe (Bezeichnung, Chargennummer, Herkunft, Kommentartext) eintragen. Das Datum der Messung wurde bereits automatisch eingetragen. Alle Angaben werden in den Datenbereich »Sample« der Hauptbedienebene übertragen.

Eingaben durch Anklicken der Schaltfläche »Next« bestätigen (Abbruch: Schaltfläche »Cancel« anklicken).



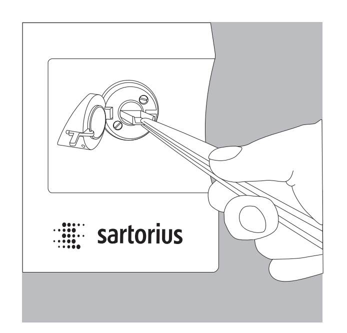
> Das 2. Fenster »Analysis Assistant« erscheint auf dem Bildschirm.

● Probenschiffchen auf die Waagschale legen, Waage tarieren und Probensubstanz einwägen.

Eine Abschätzung für die benötigte Menge an Probensubstanz liefert die Tabelle im Kapitel »Inbetriebnahme«, Abschnitt »Lieferumfang«. Für die Analyse von Proben mit unbekanntem Wassergehalt die optimalen Parameter für Einwaage und Temperaturprofil aus einer Versuchreihe bestimmen.

● Einwaage in das Feld »Sample weight« eintragen. Der Wert wird in das Feld »Weight« im Datenbereich »Sample« der Hauptbedienebene übertragen.

Eingabe durch Anklicken der Schaltfläche »Finish« bestätigen (Abbruch: Schaltfläche »Cancel« anklicken).





> Ein Fenster mit der Aufforderung, die Probe in den Ofen einzuführen, erscheint auf dem Bildschirm.

● Probenschiffchen mittels Pinzette (Zubehörteil im Etui) in den Ofen einführen. Ofentür schließen.

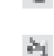
● Messung starten: Schaltfläche »OK« anklicken.



Hinweis:
Falls die Messung bei einer höheren Temperatur startet als wie durch die Temperatur-Sollwertkurve vorgegeben, wird eine Warnungsmeldung auf dem Bildschirm angezeigt. Die Meldung durch Anklicken der Schaltfläche »Yes« bestätigen, um die Messung zu starten. Abbruch der Messung: Schaltfläche »No« anklicken.

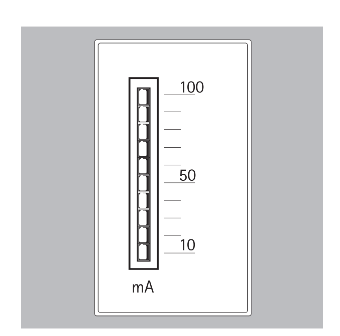


Während einer laufenden Messung wird die in der Hauptbedienebene dargestellte Schaltflächenleiste (Toolbar) geändert (siehe dazu den Abschnitt »Taramessung«). Neben den beiden Schaltflächen zum Aufruf von Programminformation und Online-Hife sind die beiden folgenden Schaltflächen von Bedeutung:



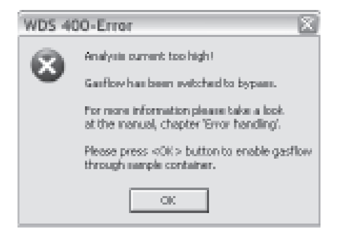
– Messung manuell beenden

– Temperaturprofil während der laufenden Messung ändern



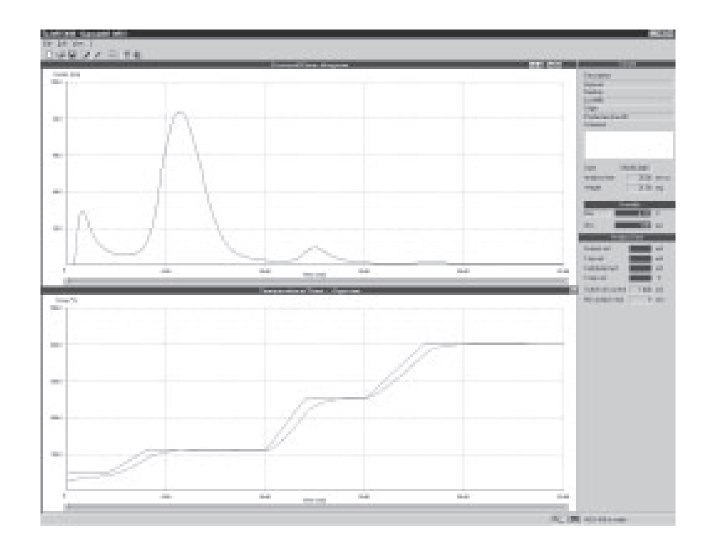
Der aktuell gemessene Analysenstrom wird sowohl im Datenbereich »Analysis Data« der Hauptbedienebene angezeigt (»Current act«) als auch direkt an der Frontseite des Gerätes. Als Stromanzeige dient hierzu ein 10-stufiges LED-Leuchtband. Jede leuchtende LED repräsentiert einen Strom von 10 mA (siehe Gerätedarstellung im Kapitel »Inbetriebnahme«).

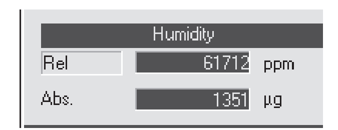
Falls die Probe pro Zeiteinheit zu viel Wasser abgibt, besteht die Gefahr, dass der Analysenstrom den Grenzwert von 95 mA überschreitet. Der Anwender kann in diesem Fall versuchen, den Trägergasstrom zu reduzieren. Dadurch wird pro Zeiteinheit weniger Wasser zum Feuchtesensor geleitet und der Analysenstrom sinkt wieder ab. Die Messung bleibt auswertbar.



Falls der Analysenstrom den Grenzwert überschreitet, schaltet das System die Ventile auf Bypass (sichtbar in der Statuszeile der Hauptbedienebene). Die Messung ist unterbrochen und kann nicht mehr exakt ausgewertet werden, da das Trägergas nicht mehr durch den Ofen geleitet wird.

In diesem Fall wird eine Warnmeldung angezeigt. Die Ventile bleiben solange in Stellung Bypass, bis der Anwender durch Anklicken der Schaltfläche »OK« den Gasstrom wieder durch den Ofen leitet.





Sample

Description
Gypsum
Number
Lot #45
Origin
Production line #2
Comment

Date 05.05.2003
Analysis time 25:00 mm:ss
Weight 21.90 mg

Humidity
Rel 6.171 %
Abs. 1351 µg

Analysis Data
Current act 0.544 mA
Tare act 0.492 mA
Calculated act 0.070 mA
Temp act 370 °C
Switch off current 0.550 mA
Min analysis time 15 min

Im Normalfall wird die Messung automatisch so lange fortgesetzt, bis die Messzeit abgelaufen oder der minimal eingestellte Analysenstrom unterschritten wurde.

Durch Anklicken der Schaltfläche [Symbol] kann der Anwender die Temperatur manuell verändern. Dies ist vorteilhaft bei der Messung unbekannter Proben zur Erstellung eines optimalen Temperaturprofils. Nach Abschalten der manuellen Temperatursteuerung wird die Messung mit dem ursprünglich verwendeten Temperaturprofil fortgesetzt.

Während der laufenden Messung und nach deren Beendigung werden in den beiden Diagrammen (Analysenstrom-/Zeitdiagramm) und Temperatur-/Zeitdiagramm der Analysenstrom (blaue Linie im oberen Diagramm) sowie Soll- und Istwert der Ofentemperatur (braune und rote Linie) im unteren Diagramm grafisch dargestellt. Unter beiden Diagrammen läuft je ein Zeiger mit, der den aktuellen Zeitpunkt im Diagramm markiert.

Im rechten Teil der des Bildschirms werden alle aktuell berechneten Daten der laufenden Analyse angezeigt. Der Anwender erhält folgende Informationen:

– Informationsblock »Sample«:
  Anzeige aller Spezifikationsdaten der Probe. Es sind die Daten, die der Anwender beim Start der Messung in die dafür vorgesehenen Felder der beiden Fenster »Analysis Assistant« eingetragen hatte.

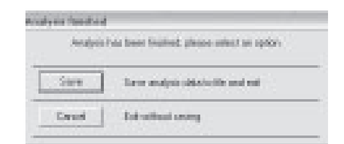
– Informationsblock »Humidity«:
  Anzeige des relativen (»Rel.«) und absoluten (»Abs.«) Wassergehaltes der Probe. Diese Daten stellen das eigentliche Messergebnis des Coulometers dar. Während der laufenden Messung ist dies der aktuell berechnete kumulative Wert. Durch Anklicken der Schaltfläche »Rel.« zwischen der Darstellung »%« oder »ppm« umschalten (Toggle-Schalter).

– Informationsblock »Analysis Data«:
  »Current act«: aktueller Analysenstrom,
  »Tare act«: der zu diesem Messzeitpunkt gehörende Tarawert-Messstrom (Daten aus der Taramessung),
  »Calculated act«: berechneter Netto-Analysenstrom (d.h. aktueller Messstrom abzüglich Tarawert-Messstrom),
  »Temp act«: aktuelle Ofentemperatur.

  »Switch off current« (Abschaltstrom): Analysenstrom, bei dessen Unterschreiten die Messung beendet wird (Wert aus dem Setup-Menü).
  »Min. analysis time« (Minimale Messzeit): Zeitgrenze, bei deren Überschreiten der Abschaltstrom als Abschaltkriterium verwendet wird (Wert aus dem Setup-Menü).

Hinweis:
Eine Analyse kann mit oder ohne Untergrundkompensation (Berücksichtigung der Taramessung) durchgeführt werden (siehe Abschnitt »Taramessung« in diesem Kapitel). Die Entscheidung darüber vor Beginn der Messung treffen, sie ist nachträglich nicht mehr änderbar. Bei eingeschalteter Untergrundkompensation wird von jedem Messpunkt der zuvor gemessene Untergrund abgezogen. Im Informationsblock »Analysis Data« werden sowohl der gemessene Strom (»Current act.«), der zugehörige Tara-Strom (»Tare act.«) sowie die daraus berechnete Differenz (»Calculated act.«) angezeigt. Bei ausgeschalteter Untergrundkompensation

sind die Anzeigen »Current act.« und »Calculated act.« identisch, die Anzeige »Tare act.« ist zu Null gesetzt. Negative berechnete Werte werden nur numerisch angezeigt und gespeichert, grafisch werden sie nicht angezeigt, jedoch bei der Integralbildung berücksichtigt. Nach beendeter Messung werden sowohl die korrigierten als auch die unkorrigierten Daten gespeichert.

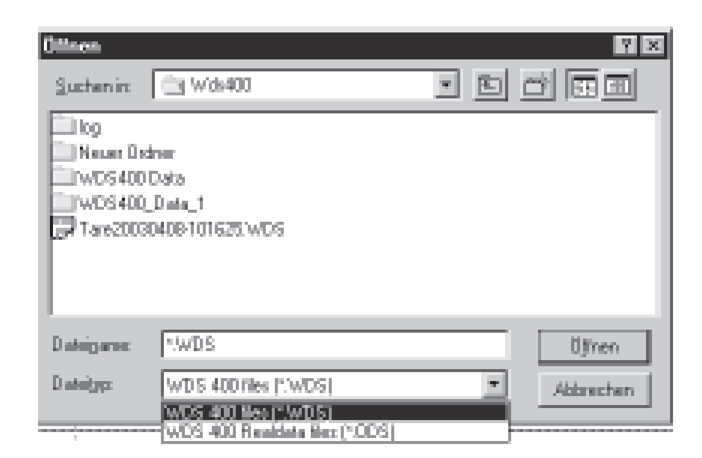


> Am Ende der Messung (Messzeit abgelaufen oder minimaler Analysenstrom unterschritten oder manueller Abbruch durch Anklicken der Schaltfläche ■) wird das Fenster »Analysis finished« auf dem Bildschirm dargestellt.

● Messung speichern: Schaltfläche »Save« anklicken,
Messung nicht speichern: Schaltfläche »Cancel« anklicken.

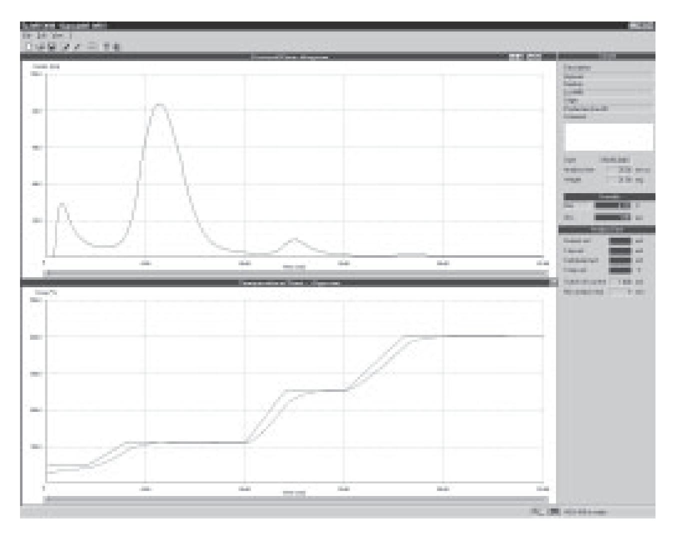
Im Fall »Save« werden zwei Dateien abgespeichert, die unkorrigierten Daten (d.h. ohne Untergrundkompensation) in einer Datei mit der Datei-Extension „.ODS“, die korrigierten Daten in einer Datei mit der Datei-Extension „.WDS“. Beide Dateien werden beim Wiedereinlesen (siehe entsprechenden Abschnitt) gleichberechtigt behandelt. Wurde die Messung mit abgeschalteter Untergrundkompensation gestartet, so haben beide Dateien denselben Inhalt.

Messung wieder einlesen



● Schaltfläche anklicken oder Menü »File« - »Open« aufrufen und die gewünschte Messdatendatei über den entsprechenden Pfad auswählen.

Hinweis:
Im Feld »Dateityp« ist der Dateityp für die korrigierten Messdaten-Dateien »WDS 400 files (*.WDS)« voreingestellt. Soll eine Messdaten-Datei mit unkorrigierten Daten eingelesen werden, zuvor im Feld »Dateityp« den Dateityp »WDS 400 Realdata files (*.ODS)« einstellen.



> Die ausgewählte Datei wird auf dem Bildschirm dargestellt.

Im hier gezeigten Beispiel wird die Messung der Gipsprobe aus dem Abschnitt »Messung durchführen“ für eine weitere Auswertung (z.B. Fraktionierung) geladen.

Hinweis:
Das Wiedereinlesen und Auswerten einer Messung kann auch „Off-Line“ erfolgen, d.h. der PC muss nicht mit dem Coulometer verbunden sein.



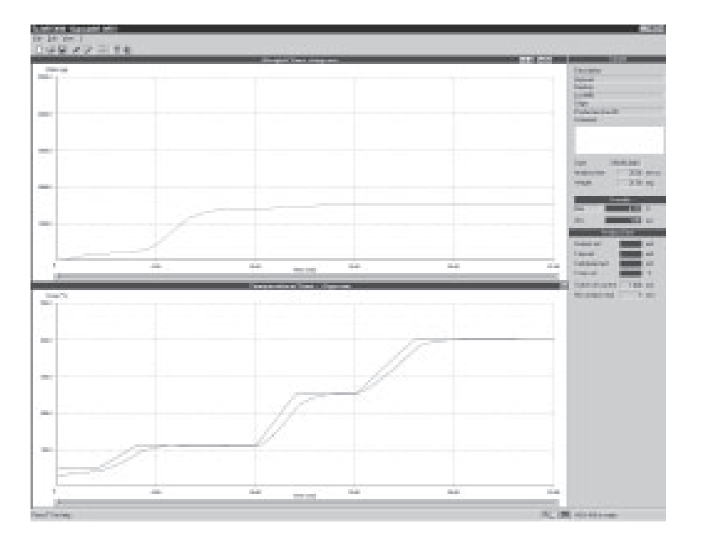
Die Schaltflächenleiste (Toolbar) bietet dem Anwender zusätzlich zu den Standardfunktionen (»Neue Datei öffnen«, »Existierende Datei öffnen«, »Datei speichern«, »Programminformation« und »Hilfe«) die Auswahl der folgenden Funktionen:

– blauer Balken: Darstellung des Analysenstroms in Abhängigkeit von der Zeit (»Current/Time diagram«) im oberen Diagramm (dies ist die normale Darstellung).

– grüner Balken: Darstellung des Wassergehaltes in Abhängigkeit von der Zeit (»Weight/Time diagram«) im oberen Diagramm.

– Fraktionierung (manuelle Festlegung der Integrationsgrenzen zur Bestimmung der Wasseranteile aus unterschiedlichen Bindungen).

Beim Einlesen der Datei wird im oberen Diagramm die Grafik »Current/Time diagram« dargestellt (siehe Bild oben). Die Schaltfläche (blauer Balken) wird als aktiviert dargestellt.



○ Falls gewünscht, durch Anklicken der Schaltfläche (grüner Balken) von der Grafik »Current/Time diagram« auf die Grafik »Weight/Time diagram« umschalten (siehe Bild links). Diese Schaltfläche wird jetzt aktiviert dargestellt, während die Schaltfläche (blauer Balken) als deaktiviert dargestellt wird. Durch wechselseitiges Anklicken der beiden Schaltflächen zwischen beiden Grafiken hin- und zurückschalten.

Die in der oberen Grafik oben rechts eingeblendeten Schaltflächen ermöglichen die Veränderung der Zeitachse (siehe den Abschnitt »Vorbereitung«, »Menüleiste und Schaltflächen« in diesem Kapitel).

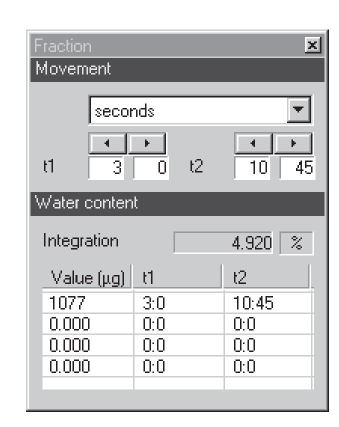
Messung auswerten

Das Messprinzip des Coulometers WDS 400 erlaubt es, bei Probensubstanzen, bei denen das Wasser durch unterschiedliche physikalische Kräfte an die Probe gebunden ist, diese einzelnen Wasseranteile voneinander zu unterscheiden. Der Wassergehalt der Probensubstanz wird durch Integration der Analysenstromkurve über die Zeit bestimmt. Durch explizite Wahl der Integrationsgrenzen kann daher der Inhalt eines bestimmten Peaks ermittelt werden. Diese Auswertung wird als Fraktionierung bezeichnet. Dazu sind folgende Schritte erforderlich:

● Messwertedatei der zu auszuwertenden Probensubstanz einlesen (siehe entsprechenden Abschnitt in diesem Kapitel).

> Die Datei wird auf dem Bildschirm dargestellt. Die obere Grafik zeigt den Analysenstrom, die untere Grafik die Temperatur (Soll- und Istwert) in Abhängigkeit von der Zeit. Mit Hilfe der Schaltflächen (grüner Balken) und (blauer Balken) kann der Anwender zwischen den Grafiken „Analysenstrom vs. Zeit“ (»Current/Time diagram«) und „Wassergehalt vs. Zeit“ (»Weight/Time diagram«) hin- und zurückschalten. Für die Durchführung der Fraktionierung ist jedoch die normale Darstellung „Analysenstrom vs. Zeit“ sinnvoller.

● Schaltfläche (Fraktionierung) anklicken oder Menü »Edit« - »Fractioning« aufrufen.



> Das Fenster »Fraction« wird zusätzlich zur Hauptbedienebene auf dem Bildschirm dargestellt.

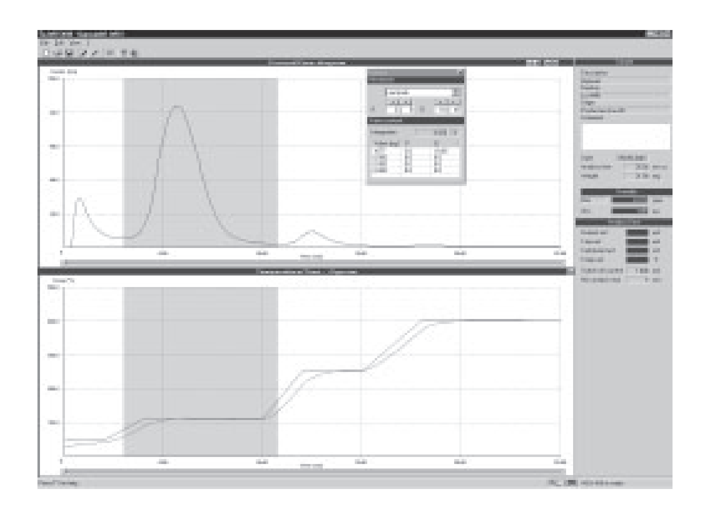
Der Block »Water content« enthält eine 4-zeilige Tabelle. Sie ermöglicht die separate Integration innerhalb von 4 frei wählbaren Zeitbereichen. Um weitere Zeitbereiche auszuwerten, eine bereits verwendete Tabellenzeile überschreiben.

● Eine Tabellenzeile durch Anklicken markieren (z.B. die 1. Zeile, wie im Bild links dargestellt).

> Die markierte Zeile wird mit einem grauen Hintergrund dargestellt.

● Den Integrationsbereich festlegen.

Dazu im Block »Movement« die untere Integrationsgrenze t1 und die obere Integrationsgrenze t2 mit Hilfe der zugehörigen Schaltflächen »<« und »>« einstellen. Falls erforderlich, die Zeiteinheit für t1 und t2 durch Anklicken der Schaltfläche ▼ wählen (»minutes« / »seconds«). Minuten werden im jeweils linken, Sekunden im jeweils rechten Fenster angezeigt.



> Das Ergebnis der Integration wird sofort im Block »Water content« dargestellt.

Der prozentuale Wassergehalt erscheint im Fenster rechts neben »Integration«. Anklicken der Einheit »%« oder »ppm« schaltet zwischen der Darstellung in Prozent oder ppm um. In der markierten Tabellenzeile wird der Absolutwert des innerhalb der Integrationsgrenzen t1 und t2 freigesetzten Wassers (in µg) sowie t1 und t2 angezeigt. Der ausgewählte Integrationsbereich wird auch in den Grafiken »Current/ Time diagram« oder »Weigth/Time diagram« und »Temperature/Time diagram« als grau markierte Fläche dargestellt (siehe Bild links).

○ Weitere Zeitbereiche integrieren:
Eine neue Tabellenzeile anklicken und wie oben beschrieben verfahren. Sind bereits alle 4 Tabellenzeilen belegt, eine bereits verwendete Tabellenzeile mit neuen Integrationsgrenzen überschreiben. Falls notwendig, zuvor den alten Tabelleninhalt notieren.

○ Fraktionierung beenden: Schaltfläche erneut anklicken oder im Fenster »Fraction« die Schaltfläche »x« oben rechts anklicken. Bei einem erneuten Aufruf der Fraktionierung mit derselben Messdatendatei bleibt die alte Tabelle erhalten. Die Fraktionierung kann deshalb wie oben beschrieben fortgesetzt werden.

Messung ausdrucken

Der Ausdruck von Messdaten erfolgt mit Hilfe des unter Windows® installierten Standarddruckers. Dabei werden alle für die Erfüllung der GLP-Anforderungen erforderlichen Daten zusammen mit den beiden Grafiken (»Current/Time diagram« oder »Weight/Time diagram« je nach Auswahl und »Temperature/Time diagram«) und dem Messergebnis zusammen auf einer Seite ausgedruckt. Falls für eine Probe eine oder mehrere Fraktionierungen berechnet wurden, so werden die zugehörigen Ergebnisse (markierte Zeile der Tabelle) auf einem gesonderten Blatt ausgedruckt.

Windows ist ein eingetragenes Warenzeichen von Microsoft Inc.

Hinweis:
Messdaten können auch zu einem späteren Zeitpunkt ausgedruckt werden. Dazu die betreffende Messdatendatei erneut einlesen (siehe dazu den Abschnitt »Messung wieder einlesen« in diesem Kapitel).

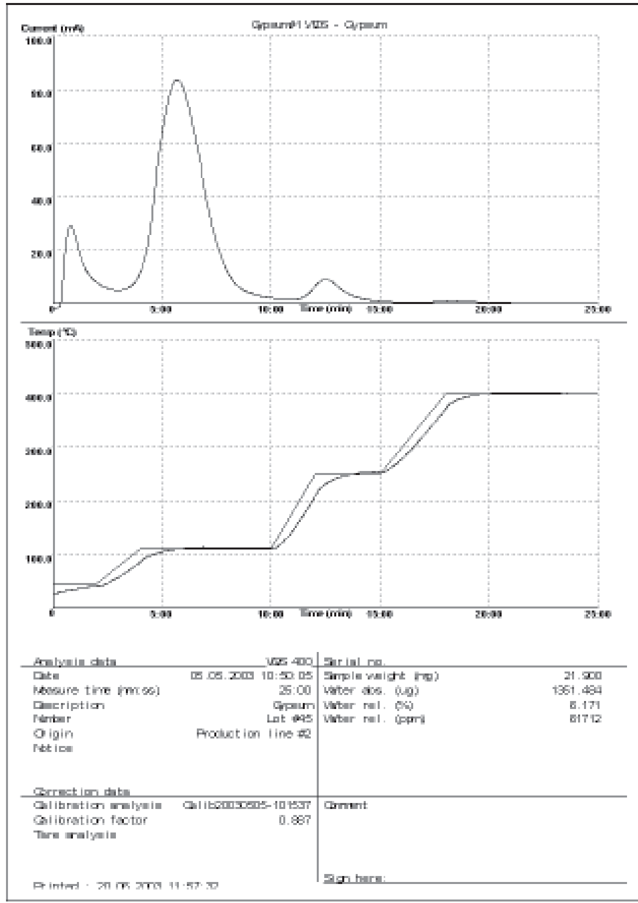
● Menü »File« aufrufen.

Dem Anwender stehen folgende Möglichkeiten zur Verfügung:

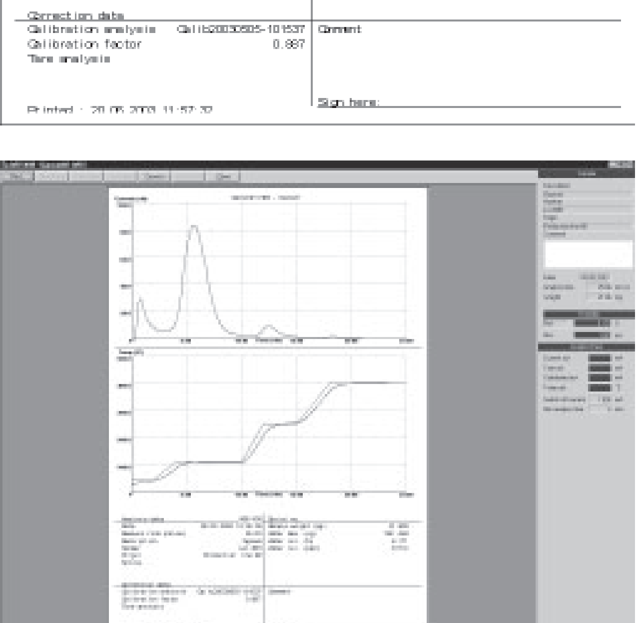
– Datei ausdrucken: »File« - »Print...«

– Druckvorschau: »File« - »Print Preview...«

– Drucker einstellen: »File« - »Printer Properties...«



○ Der Befehl »File« - »Print...« druckt die Messdaten auf dem PC-Standarddrucker aus.



○ Der Befehl »File« - »Preview...« ermöglicht es dem Anwender, die Druckdatei vor dem Drucken auf dem Bildschirm anzuschauen.



Eine zusätzliche Schaltflächenleiste im Kopf der Bedieneroberfläche ermöglicht die 2-stufige Vergrößerung (Schaltfläche »Zoom In«) der dargestellten Druckdatei (Vergrößerung rückgängig machen: Schaltfläche »Zoom out« anklicken). Zum Drucken die Schaltfläche »Print« anklicken, Rückkehr zur Hauptbedienebene durch Anklicken der Schaltfläche »Close«.

○ Der Befehl »File« - »Printer Properties...« ruft das Standarddrucker-Konfigurationsmenü des PCs auf, um vor dem Drucken druckerspezifische Einstellungen zu ändern.

Fehlermeldungen

Fehler	mögliche Ursache	Behebung
Softwarefehler 7	Übertragungsfehler WDS 400 - PC	Verbindungskabel PC-WDS überprüfen
Softwarefehler 9	Übertragungsfehler WDS 400 - PC	2. Gerät (z.B. Maus) noch softwaremäßig an derselben Schnittstelle installiert
Keine Verbindung zum WDS (Status: „no connection“)	Falsche COM-Schnittstelle eingestellt	Einstellungen der COM-Schnittstelle überprüfen
	Verbindungskabel defekt	Verbindungskabel (Nullmodemkabel) prüfen
	Gerät nicht eingeschaltet	Gerät einschalten
Strom nach dem Einschalten zu hoch	Gerät zu lange abgeschaltet	Gasfluss reduzieren, bis sich von selbst ein Strom < 90 mA einstellt
	Ofentüre offen gelassen	Gerät kontinuierlich spülen
Strom während einer Messung zu hoch	Einwaage zu groß	Gasfluss reduzieren, warten bis die gesamte Wassermenge abgebaut ist. Geringere Einwaage wählen
	Temperatur zu schnell hochgefahren	Temperaturanstieg der Sollwertkurve verringern (z.B. in 3 Minuten von 30°C. auf 200°C. anstatt in einer Minute)
Ofentemperatur schwingt zu stark über (> 5 °C)	Ungünstige PID Parameter	PID Parameter überprüfen, evtl. p-band vergrößern (Service benachrichtigen)
Wassergehalt viel kleiner als erwartet (z.B. bei Standardmessungen)	Sensorbeschichtung defekt	Sensor neu beschichten
	System verunreinigt	Bei starken Verunreinigungen im Gerät und am Sensor Service benachrichtigen
Strombahnen lösen sich vom Sensor ab	Sensor sehr alt oder chemisch angegriffen	Neuen Sensor einbauen
	Sehr viele Proben mit sehr hoher Feuchte (> 5 %) gemessen	Häufige Überladung des Sensors vermeiden (Strom > 100 mA)
Beim Umschalten von Ofen auf Bypass ändert sich der Gasfluss (> 50 ml / Minute)	Ofen undicht	Dichtung der Ofentüre wechseln Mechanismus überprüfen
Korrekturfaktor (Cell factor) > 1,3 oder < 0,8	Sensorbeschichtung beschädigt	Sensor neu beschichten
	Gassystem undicht	Dichtigkeit prüfen, evtl. Gerät zum Service
	System verunreinigt	Bei starken Verunreinigungen Service benachrichtigen

● Bei Überstrom als erste Maßnahme den Gasstrom reduzieren.

○ Falls das Gerät bereits auf Bypass geschaltet hat, den Gasstrom erst nach einigen Minuten durch Quittieren der Fehlermeldung auf den Ofenraum zurückschalten. Vorher den Gasstrom stark reduzieren.

Pflege und Wartung

Service
Eine regelmäßige Wartung Ihres Gerätes durch einen Mitarbeiter des Sartorius-Kundendienstes gewährleistet die fortdauernde Messsicherheit. Sartorius kann Ihnen Wartungsverträge mit freier Wahl der Wartungszyklen anbieten.

Die Häufigkeit der Wartungsintervalle hängt von den Betriebsbedingungen und den Toleranzanforderungen des Anwenders ab.

Reparaturen
Reparaturen dürfen nur von Fachkräften ausgeführt werden. Durch unsachgemäße Reparaturen können erhebliche Gefahren für den Benutzer entstehen.

Im Falle von Reparaturen (vor Ort oder bei Einsendung des Gerätes an den Hersteller) ist der Anwender verpflichtet, eine Unbedenklichkeitsbescheinigung auszustellen. Der Anwender erklärt hierin, dass alle möglicherweise im Gerät befindlichen Verunreinigungen und Ablagerungen gesundheitlich unbedenklich sind. Dies gilt insbesondere für den Fall, dass Gasrohre infolge verdampfter Proben ausgetauscht werden müssen.

Reinigung

⚠ Es darf keine Flüssigkeit oder Staub in das Gerät gelangen.

⚠ Keine aggressiven Reinigungsmittel verwenden (Lösungsmittel, scheuernde Reiniger, o.ä.), sondern nur ein mit milder Seifenlauge leicht angefeuchtetes Tuch.

● Spannungsversorgung trennen: Netzstecker aus der Netzanschlussbuchse ziehen und Datenverbindungskabel zum PC am Gerät trennen.

● In regelmäßigen Abständen den Probenraum auf Ablagerungen und verschüttetes Probenmaterial hin überprüfen. Lose Probenreste / Pulver vorsichtig mit einem Pinsel oder Handstaubsauger entfernen. Fest anhaftende Reste mit Aceton beseitigen.

⚠ Bei der Reinigung des Probenraums darauf achten, dass bei der Reinigung das sich an seinem hinteren Ende befindliche Thermoelement nicht beschädigt oder verschoben wird.

● Die innenliegende Abdichtung der Verschlusseinrichtung des Probenraums überprüfen, ggf. mit einem trockenen Tuch säubern.

● Falls infolge stärkerer Verschmutzungen eine gründliche Reinigung erforderlich ist, den Sartorius-Kundendienst anfordern.

● Regelmäßig den Zustand des Teflonfilters überprüfen. Siehe dazu den Abschnitt »Teflonfilter reinigen und tauschen« am Ende dieses Kapitels.

● Ist der Wert des Korrekturfaktors (Cell factor) bei einer sorgfältig ausgeführten Kalibrationsmessung < 0,8 oder > 1,3, den Feuchtesensor reinigen, ggf. neu beschichten. Siehe dazu den Abschnitt »Feuchtesensor reinigen und tauschen« am Ende dieses Kapitels.

● Die beigefügten Nickeltiegel (Probenschiffchen im Zubehöretui) entsprechend der nachfolgenden Pflegeanleitung reinigen:

Reinnickel ist besonders korrosionsbeständig gegen alkalische und neutrale Lösungen. Durch seine hohe Schmelztemperatur (1453 °C) können Nickeltiegel von anhaftenden organischen Verunreinigungen (Harzen, Kunststoffschmelzen, ...) durch Ausglühen gereinigt werden. Die damit einhergehende Verfärbung des Tiegels hat keinen Einfluss auf die Verwendbarkeit für nachfolgende Analysen. Da sich Nickel in Säuren langsam löst, keine starken Säuren zur Reinigung verwenden.

– Pulvrige und körnige Rückstände durch Abpinseln entfernen.

– Organische Anhaftungen mit Lösungsmittel (Aceton, Ethanol oder Methanol) entfernen. Anhaftungen, die nicht abgelöst werden können, durch Ausglühen entfernen.

– Anorganische Rückstände soweit wie möglich mit Wasser oder alkalischen Lösungen entfernen, Säuren nur kurz auf die Tiegel einwirken lassen.

Sicherheitsüberprüfung
Erscheint ein gefahrloser Betrieb des Gerätes nicht mehr gewährleistet:

● Spannungsversorgung trennen: Netzkabel aus der Steckdose ziehen.

› Gerät vor weiterer Benutzung sichern.

Ein gefahrloser Betrieb ist nicht mehr gewährleistet:

– Wenn das Gerät oder Netzkabel sichtbare Beschädigungen aufweist

– Wenn das Gerät nicht mehr arbeitet

– Nach längerer Lagerung unter ungünstigen Verhältnissen

– Nach schweren Transportbeanspruchungen

In diesem Fall den Sartorius-Kundendienst benachrichtigen. Instandsetzungsmaßnahmen dürfen ausschließlich von Fachkräften ausgeführt werden:

– die Zugang zu den nötigen Instandsetzungsunterlagen und -anweisungen haben

– an entsprechenden Schulungen teilgenommen haben.

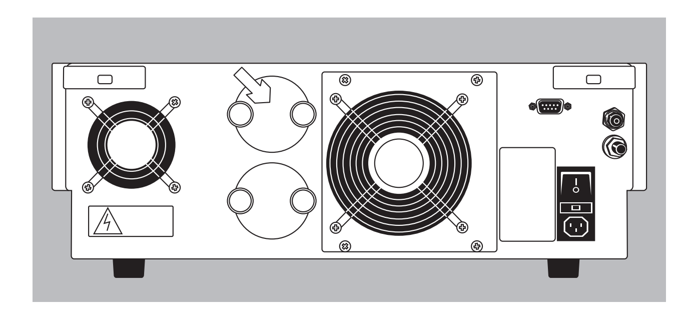
Entsorgung
Für den Transport sind die Sartorius-Produkte durch die Verpackung soweit wie nötig geschützt. Die Verpackung besteht durchweg aus umweltverträglichen Materialien, die als wertvolle Sekundär-Rohstoffe der örtlichen Müllentsorgung zugeführt werden sollten.

Bei Geräteentsorgung dem Entsorger eine Unbedenklichkeitsbescheinigung beibringen (siehe auch »Reparaturen«).

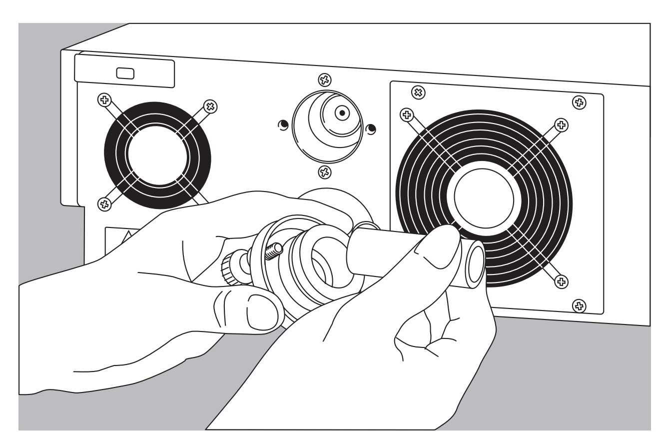
Teflonfilter reinigen und tauschen

Der Teflonfilter schützt den Feuchtesensor vor Verunreinigungen mit Partikeln > 3 µm. Den Filter regelmäßig auf Verschmutzung überprüfen und ggf. reinigen.

Dazu wie folgt verfahren:



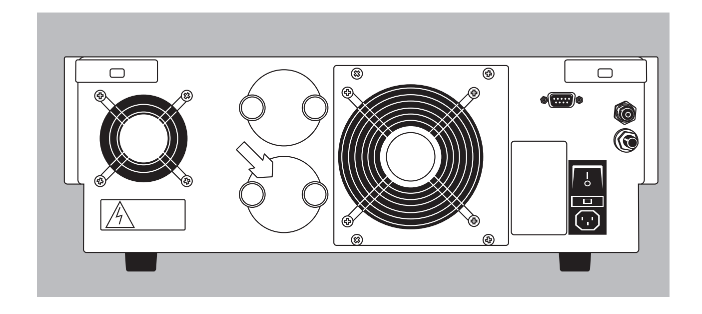
- ● Verschlusskappe für den Filter auf der Geräterückseite öffnen.



- ● Teflonfilter entnehmen.
- ● Filter prüfen (Sichtprüfung).
- ○ Bei Verschmutzung, erkennbar an z.B. auffälligem Geruch oder deutlich sichtbarer Verfärbung, den Filter austauschen.
- ○ Im Falle einer Verschmutzung das Filtergehäuse reinigen. Dazu ein staubfreies Tuch und Aceton oder Waschbenzin verwenden.
- ○ Beim Austausch des Filters darauf achten, dass der neue Filter richtig in die zur Abdichtung vorgesehenen O-Ringe eingedrückt wird.
- ● Die Verschlusskappe sorgfältig verschließen.
- ● Beim Einbau den äußeren O-Ring der Verschlusskappe stets gut reinigen und mit Vakuumfett bestreichen.

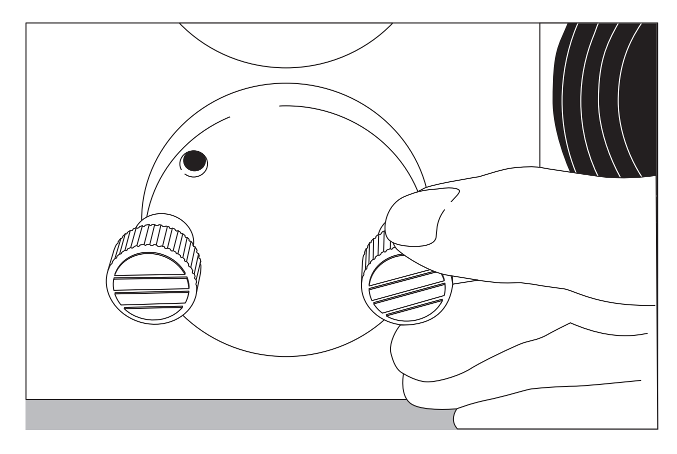
Feuchtesensor reinigen und tauschen

Durch die laufende Benutzung verliert der Feuchtesensor an Empfindlichkeit. Der Grund hierfür sind z.B. Verunreinigungen, die bewirken, dass nur ein Teil des vom Trägergas transportierten Wassers an der aktiven Schicht des Sensors elektrolysiert wird. In einem solchen Fall wird weniger Wasser nachgewiesen als in der Probe vorhanden ist. Der Korrekturfaktor (Cell factor) ist > 1,0. Bei gemessenen Korrekturfaktoren > 1,3 sollte der Feuchtesensor überprüft und ggf. ausgetauscht werden. Dasselbe gilt auch für Korrekturfaktoren < 0,8. In diesem Fall wurde eine größere Wassermenge nachgewiesen als in der Probe enthalten ist.
Wurde die Kalibrationsmessung sorgfältig ausgeführt (der nicht aus der Probe stammende Wasseranteil entspricht dem bei der Taramessung nachgewiesenen Wasseranteil), so können Kriechströme im Feuchtesensor die Ursache für die scheinbar größere nachgewiesene Wassermenge sein.



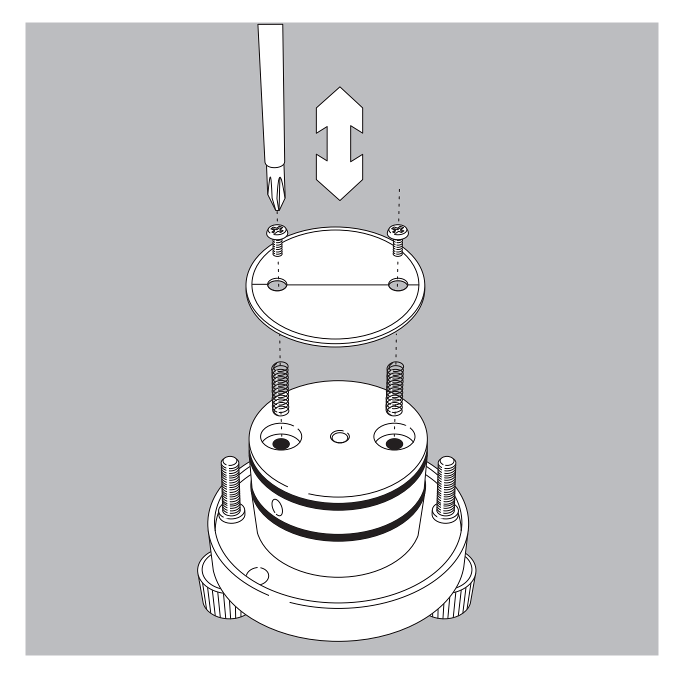
Die Kalibrationsmessung stets sehr sorgfältig durchführen. Wird bei mehreren hintereinander durchführten Kalibrationsmessungen ein Korrekturfaktor (Call factor) < 0,8 oder > 1,3 berechnet, den Feuchtesensor auf Verunreinigungen untersuchen und ggf. tauschen.

Dazu sind folgende Schritte notwendig:



● Auf der Geräterückseite die Befestigungsschrauben des Sensorhalters lösen, bis sich der Sensorhalter aus der Messzelle herausziehen lässt.

⚠ Der auf dem Sensorhalter befestigte Keramiksensor kann durch unvorsichtiges Hantieren leicht beschädigt werden oder zerbrechen.



● Keramiksensor aus dem Sensorhalter lösen:
Beide Kreuzschlitzschrauben herausdrehen. Zwischen Keramiksensor und Sensorhalter befinden sich zwei Federn. Ihre Aufgabe ist es, im eingebauten Zustand des Sensors einen federnden Kontakt zwischen den Elektroden auf dem Keramikplättchen und den Anschlüssen im Gerät herzustellen.

● Feuchtesensor (Keramikplättchen) reinigen:
Den Sensor unter fließendem Wasser abspülen, dazu ggf. eine weiche Zahnbürste verwenden.

⚠ Darauf achten, dass sich bei der Reinigung keine Leiterbahnen ablösen. Ist das der Fall, so ist der Sensor nicht mehr zu verwenden und muss getauscht werden.

● Sensor trocknen.

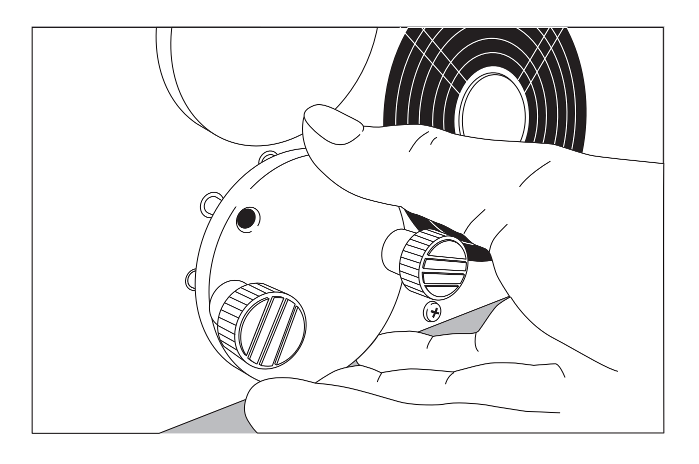
● Sensor neu beschichten:

– Eine Lösung aus 10 Volumenanteilen 85-prozentiger Phosphorsäure (H_3PO_4) und 90 Volumenanteilen Aceton herstellen.





⚠ Warnung:
Phosphorsäure verursacht Verätzungen. Aceton ist leichtentzündlich.
Daher bei der Herstellung der Lösung unbedingt Schutzhandschuhe, Schutzbrille und Kittel tragen.



- Mit dieser Lösung ein nicht fusselndes Papiertuch tränken und damit gleichmäßig über das Keramikplättchen streichen. Dabei sowohl die Vorder- als auch die Rückseite des Sensors beschichten.

- Feuchtesensor in umgekehrter Reihenfolge wieder einbauen:
  Federn im Sensorhalter platzieren und Keramikplättchen mit den Kreuzschlitzschrauben federnd auf dem Sensorhalter fixieren. Sensorhalter wieder in das Gerät einbauen: Den Stift an der Geräterückwand in die entsprechende Bohrung am Sensorhalter stecken. Den Sensorhalter mit den Schrauben am Gerät befestigen. Die Elektroden auf dem Keramikplättchen werden federnd gegen die Kontakte im Gerät gedrückt und schließen den Sensorstromkreis.

- Nach einer Neubeschichtung den Sensor zunächst etwa 60 Minuten im Gasstrom trocknen. Die Stromversorgung des Sensors wird automatisch bei Überstrom nach kurzer Zeit abgeschaltet.

Übersicht

Technische Daten

Netzversorgung:	230 V ± 10 %
Netzfrequenz:	50 ... 60 Hz
Leistungsaufnahme:	Standby: 100 W Volllast: 400 W
Sicherung:	4 A flink
Arbeitstemperatur:	von Raumtemperatur bis 400° C
Nachweisgrenze:	1 µg Wasser
Reproduzierbarkeit:	≤ 2 %
Anzeigebereich:	ppm - 99,99 % (umschaltbar von % auf ppm)
Messzeit:	2 min. ... 10 h
Zulässige Einsatztemperatur:	+ 10° C ... + 35° C
Abmessungen:	Tiefe: 500 mm Breite: 500 mm Höhe: 180 mm
Gewicht:	20 kg
max. Probenvolumen:	ca. 3,5 cm^3
Trägergas:	Stickstoff, Argon, Luft
betrieblicher Gasdurchsatz:	100-200 ml / min.
Gasvordruck:	max. 1 bar

CE-Konformität

Das Coulometer WDS 400 erfüllt die Grenzwerte folgender Normen:

EN 50081 (Störaussendung)
EN 50082 (Störfestigkeit)
EN 61010 (Sicherheit)

Das Gerät ist zur Aufstellung im Wohn-, Geschäfts- und Gewerbebereich sowie für Kleinbetriebe geeignet. Bei einer Aufstellung im Industriebereich kann das Gerät gestört werden.

Stichwortverzeichnis

Sartorius AG
Weender Landstraße 94-108
37075 Göttingen

Telefon 0551.308.0
Fax 0551.308.3289
www.sartorius.com

Die in dieser Anleitung enthaltenen
Angaben und Abbildungen entsprechen
dem unten angegebenen Stand.
Änderungen der Technik, Ausstattung
und Form der Geräte gegenüber den
Angaben und Abbildungen in dieser
Anleitung selbst bleiben der Sartorius AG
vorbehalten.

Stand:
Juni 2003, Sartorius AG,
Göttingen

Printed in Germany.
Gedruckt auf chlorfrei gebleichtem Papier
RDB · KT
Publication No.: WWD6002-d03061